FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

142. BAND
SECHSTES (SCHLUSS-) HEFT
MIT 10 ABBILDUNGEN IM TEXT

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG
J. F. BERGMANN · MÜNCHEN
1954

Z.anal. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie.

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*.

Bis Band 58 (1919) Wiesbaden, C. W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C. W. Kreidel und München, J. F. Bergmann, Band 53—127 (1944) München, J. F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 58,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Es wird ausdrücklich darauf aufmerksam gemacht, daß mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag das ausschließliche Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder an den Verlag übergeht. Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind, und die auch nachträglich nicht anderweitig zu veröffentlichen der Autor sich verpflichtet.

Es ist ferner ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages nicht gestattet, photographische Vervielfältigungen, Mikrofilme, Mikrophote u. ä. von den Zeitschriftenheften, von einzelnen Beiträgen oder von Teilen daraus herzustellen.

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als 1½ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 40535

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 24
Fernsprecher 2440
Berlin W 35, Reichpietschufer 20
Fernsprecher 249251

Vertriebsvertretung im Ausland:
Lange, Maxwell & Springer Ltd., 242 Marylebone Road, London N. W. 1

Band 142

Inhaltsverzeichnis.

(Schluß-) Heft 6

Originalabhandlungen.

Seite

Kauko, Y., und **M. Içel,** Eine einfache und schnelle Methode zur Ermittlung des Kohlenmonoxydes in der Luft 401

Nielsch, W., und **G. Böltz,** Eine neue photometrische Bestimmungsmethode für Kupfer mit Nitrilotriessigsäure. Mit 3 Textabbildungen 406

Solé, A., Quantitative chemische Analyse mittels Stagoskopie. 412

Bode, H., Systematische Untersuchungen über die Anwendbarkeit der Diäthyldithiocarbaminate in der Analyse. 1. Mitteilung. Die Beständigkeit des Natrium-Diäthyldithiocarbaminates und seine Extrahierbarkeit in Abhängigkeit vom p_H-Wert der Lösung. Mit 3 Textabbildungen . . . 414

Csányi, L. J., und **F. Solymosi,** Cerimetrische Bestimmung von Wasserstoffperoxyd, Peroxyschwefelsäure (Caroscher Säure) und Peroxydischwefelsäure nebeneinander. Vorläufige Mitteilung 423

Nielsch, W., und **G. Böltz,** Zur photometrischen Bestimmung des Kupfers mit Bromwasserstoffsäure. II. Mitteilung 427

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Warenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Aus dem physikalisch-chemischen Institut der Universität Ankara, Türkei.

Eine einfache und schnelle Methode zur Ermittlung des Kohlenmonoxydes in der Luft*.

Von

YRJÖ KAUKO und MUHARREM IÇEL.

(Eingegangen am 10. März 1954.)

Die qualitative und quantitative Bestimmung des Kohlenmonoxydes in der Luft ist eine wichtige analytische Aufgabe, da es bei jeder unvollständigen Verbrennung, wie z. B. in den Motoren und bei Explosion von Sprengstoffen, in Kohlengruben usw., entsteht und da die große Giftigkeit des Kohlenmonoxyds (0,05% CO-Gehalt in der Luft sind tödlich)[12] bekannt ist. Es sind zahlreiche Methoden in Anwendung, von denen wir einige erwähnen wollen:

Die alte (1870) Bestimmungsmethode des Kohlenmonoxydes mit Jodpentoxyd ist sorgfältig studiert worden[5, 9, 7, 18, 16, 6]. Das Kohlenmonoxyd wird durch Jodpentoxyd bei 150° C oxydiert, und das dabei freigewordene Jod wird bestimmt. Nach der Literatur soll die Methode sehr genau sein, obgleich bei kleinen CO-Gehalten große Luftmengen behandelt werden müssen. Um eine große Genauigkeit zu erzielen, muß man unter Umständen mit langer Versuchsdauer rechnen. — Eine colorimetrische Methode [1, 4] beruht auf der Addition des Kohlenmonoxydes an Hämoglobin. Die colorimetrische Skala wird empirisch aufgestellt. Die Methode ist nicht genau. — Bei der Reduktion der Palladium(II)-salze mit Kohlenmonoxyd bestimmt man das abgeschiedene Palladium gewichtsanalytisch oder man ermittelt es colorimetrisch[2]. Im ersten Falle ist die Genauigkeit nicht groß, und im zweiten Falle wird eine empfindliche Apparatur benötigt. — Man kann Kohlenmonoxyd auch durch katalytische Verbrennung verbunden mit einer Temperaturerhöhung ermitteln. Da der Gehalt des Kohlenoxydes in der Luft sehr niedrig ist, sind die Wärmetönungen und die Temperaturerhöhungen nur klein. Die Bestimmung läßt sich schnell ausführen, aber die nötige Luftmenge ist groß und die Genauigkeit der Messungen gering[3, 14, 15, 10]. In letzter Zeit ist eine Bestimmungsmethode des Kohlenmonoxydes ausgearbeitet worden, die auf der Absorption der ultraroten Strahlen durch Kohlenmonoxyd beruht. Die Methode läßt sich schnell und genau ausführen, bedarf aber einer teueren Apparatur[16a].

* Die ausführliche Darstellung dieser Arbeit wird als Doktorarbeit von MUHARREM IÇEL demnächst in französischer Sprache erscheinen in der Zeitschrift: A. Ü. Fen Fakultesi Mecmuasi, Ankara.

Die jetzigen Methoden zur Bestimmung des Kohlenmonoxydes in der Luft sind also entweder zeitraubend, ungenau, schwierig in der Ausführung oder bedürfen einer teuren Apparatur. Aus diesem Grunde haben wir uns bemüht, eine einfache, genügend genaue und billige Bestimmungsmethode auszuarbeiten.

Wir gehen dabei von der Tatsache aus, daß das Kohlenoxyd sich mit Hilfe von Katalysatoren bei gewöhnlicher Temperatur quantitativ oxydieren läßt. Das so entstandene Kohlendioxyd wird nach KAUKO[11] in einigen Minuten bestimmt.

Versuche.

Wir stellten jeweils eine Kohlenmonoxyd-Stickstoffmischung in einer Stahlbombe her, entfernten den Kohlendioxydgehalt der Luft mit Hilfe von Alkalien und verbrannten das Kohlenmonoxyd bei 150° C mit Jodpentoxyd. Der Kohlenmonoxydgehalt wurde bestimmt: a) indem man das ausgeschiedene Jod titrierte, b) indem man das entstandene CO_2 in einer Hydrogencarbonatlösung absorbierte und den p_H-Wert dieser Lösung feststellte (KAUKO). Die Ergebnisse dieser Versuche sind in Tab. 1 wiedergegeben.

Tabelle 1. *Kohlenmonoxydbestimmung in einem CO-N_2-Gemisch.*

I. Bestimmung durch Titration des in Freiheit gesetzten Jods,
II. CO wurde zu CO_2 verbrannt und dieses mit 100%igem CO_2 potentiometrisch verglichen,
III. Potentiometrische Bestimmung des p_H-Wertes der Hydrogencarbonatlösung,
IV. Colorimetrische Bestimmung des p_H-Wertes der Hydrogencarbonatlösung.

I.		II.			III.			IV.		
1 Nr.	2 CO %	3 Nr.	4 E/mV	5 CO %	6 Nr.	7 p_H	8 CO %	9 Nr.	10 p_H	11 CO %
1.	$6{,}11 \cdot 10^{-2}$	6.	11,0	$6{,}14 \cdot 10^{-2}$	11.	7,25	$6{,}5 \cdot 10^{-2}$	20.	7,27	$6{,}31 \cdot 10^{-2}$
2.	$6{,}11 \cdot 10^{-2}$	7.	11,5	$6{,}27 \cdot 10^{-2}$	12.	7,25	$6{,}5 \cdot 10^{-2}$	21.	7,25	$6{,}76 \cdot 10^{-2}$
3.	$6{,}1 \cdot 10^{-2}$	8.	11,0	$6{,}14 \cdot 10^{-2}$	13.	7,23	$6{,}7 \cdot 10^{-2}$	22.	7,27	$6{,}31 \cdot 10^{-2}$
4.	$6{,}1 \cdot 10^{-2}$	9.	11,5	$6{,}27 \cdot 10^{-2}$	14.	7,25	$6{,}5 \cdot 10^{-2}$	23.	7,25	$6{,}76 \cdot 10^{-2}$
5.	$6{,}1 \cdot 10^{-2}$	10.	10,5	$6{,}03 \cdot 10^{-2}$	15.	7,21		24.	7,25	$6{,}76 \cdot 10^{-2}$
					16.	7,25	$6{,}5 \cdot 10^{-2}$	25.	7,23	$6{,}92 \cdot 10^{-2}$
					17.	7,25	$6{,}5 \cdot 10^{-2}$			
					18.	7,22	$6{,}8 \cdot 10^{-2}$			
					19.	7,23	$6{,}7 \cdot 10^{-2}$			
Mittelwert 10^{-2} %										
6,1		6,17 ± 0,08			6,58 ± 0,1			6,53 ± 0,3		
Genauigkeit der Meßgeräte %										
		± 3,5				± 3,5			± 11	

Die Kohlendioxydbestimmungen nach KAUKO wurden in der Versuchsreihe II so ausgeführt, daß das zu untersuchende kohlendioxydhaltige Gas durch eine Hydrogencarbonatlösung in der Konzentration

von ungefähr 10^{-4} Mol/l geleitet wurde. Zum Vergleich wurde außerdem eine bekannte Luft-Kohlensäuremischung durch eine gleichkonzentrierte Hydrogencarbonatlösung geleitet. Wenn die CO_2-Drucke in den beiden Gasen verschieden sind, unterscheiden sich auch die p_H-Werte in den beiden Absorptionsgefäßen voneinander.

Man ermittelte die Potentialdifferenz zwischen beiden Lösungen durch Messung der Kette:

Chinh. Pt / $2 \cdot 10^{-4}$ Mol/l $NaHCO_3$, 0,0998 Mol/l KCl, CO_2 ges. / KCl ges. / $2 \cdot 10^{-4}$ Mol/l $NaHCO_3$, 0,0998 Mol/l KCl / Pt Chinh.

und errechnete daraus den CO-Gehalt der Luft in Prozenten mit Hilfe der Gleichung $\log \frac{x}{100} = \frac{E}{0{,}059} + 0{,}15$ (Kauko). Zur Kontrolle wurde der Kohlendioxyddruck der Luft nach Kauko und Pettenkofer bestimmt. Man fand 0,038 und 0,04%. Die Genauigkeit des Potentiometers (Voiret-Prolabo) betrug $\pm$ 0,7 mV.

In der Versuchsreihe III leiteten wir ebenfalls die entstandene kohlendioxydhaltige Luft durch die bekannte Hydrogencarbonatlösung, ermittelten aber den p_H-Wert dieser Lösung potentiometrisch und fanden daraus nach der Gleichung (I) von Kauko die in Spalte 8 der Tab. 1 angegebenen Werte:

$$\log P = -p_H + \log([Na^+] + [H^+] - [OH^-]) + \log \frac{f_{HCO_3}}{k_s \cdot k_o}; \qquad [I]$$

$k_s \cdot k_o = 1 \cdot 24 \cdot 10^{-8}$; [11] $-\log f_{HCO_3} = 0{,}222$. [18]

In der Gleichung bedeuten P den CO_2-Druck (at.), $[Na^+]$, $[H^+]$, $[OH^-]$ die Konzentrationen der Ionen, f_{HCO_3} bedeutet den Aktivitätskoeffizienten der HCO_3^--Ionen, $k_s \cdot k_o = k_2 = \frac{a_{H^+} \cdot a_{HCO_3^-}}{p}$, wo a_{H^+} usw. Aktivität bedeuten.

Die Werte der Versuchsreihe IV haben wir colorimetrisch derart ermittelt, daß wir Pufferlösungen, z. B. Mischungen von 0,067 m Monokaliumphosphat- und 0,067 m Dinatriumphosphatlösungen[17] mit $\Delta p_H = 0{,}1$ herstellten und den p_H-Wert der Hydrogencarbonatlösung mit Hilfe der Farbenskala der Pufferlösungen bestimmten. Aus diesem p_H-Wert wurde der CO_2-Druck nach der Gleichung (II) von Kauko-Yli-Uotila:

$$\log P = -p_H + 3{,}871 + 0{,}0057\, t \text{ [3]} \qquad (II)$$

ermittelt[13]. t bedeutet die Temperatur. Die Genauigkeit der colorimetrischen p_H-Messung beträgt $\pm$ 0,05 p_H-Einheiten.

Mit Hilfe der Tab. 1 können wir feststellen, daß die Kohlenoxydbestimmung nach den verschiedenen Methoden im Bereiche der Meßgenauigkeit der Instrumente übereinstimmende Werte ergibt. Doch fällt auf, daß die CO-Werte der Versuchsreihe I und II einerseits und III und IV andererseits so gut wie identisch sind. In den Versuchen 11—19 und

20—25 haben wir den Kohlenoxydgehalt aus den ermittelten p_H-Werten mit Hilfe der Gleichungen (I) und (II) erhalten. Wenn wir jetzt berücksichtigen, daß die Differentialmethode nach Kauko und die Methode nach Pettenkofer identische Werte für den CO_2-Gehalt der Luft geben, und daß andererseits die Methode nach Kauko und die Jodpentoxydmethode gleiche Werte in der CO-Bestimmung geben, so dürfen wir annehmen, daß die CO-Gehalte der Spalten 2 und 5 richtig sind. Dann aber sind die Konstanten der obigen Gleichungen (I) und (II) etwas zu hoch, sie müssen um den Betrag 0,025 verringert werden. Tut man dies, so erhält man

in Spalte	2	5	8	11
% CO	6,10	6,17	6,2	6,15

Da die Meßanordnungen variieren, ist es bei den angeführten Messungen angebracht, den Wert der konstanten Therme mit 100% Kohlensäure zeitweise zu kontrollieren, indem man Kohlensäure durch die angewandte Hydrogencarbonatlösung leitet, den p_H-Wert bestimmt, $[HCO_3^-] = [Na^+] + [H^+]$ in der Gleichung (I) einsetzt und $C = \frac{f_{HCO_3}}{k_s \cdot k_o}$ berechnet.

Für laboratoriumsmäßige Bestimmungen an kleinen Gasmengen empfiehlt sich die Methode II, deren Genauigkeit von derjenigen der Potentialmessungen abhängt. Dagegen ist für die feldmäßige Ermittlung des CO-Gehaltes die colorimetrische Methode mit der Genauigkeit $\pm 11\%$ bei Beobachtung mit dem bloßen Auge zu empfehlen.

In der Praxis enthält die Luft neben dem Kohlenmonoxyd auch Kohlendioxyd. Dieses bestimmt man entweder vor der Verbrennung des CO nach der gleichem Methode, oder man absorbiert es an Alkalien.

Im folgenden geben wir Bestimmungsvorschriften zur schnellen und genauen Ermittlung des Kohlenmonoxydgasgehaltes in der Luft an:

Methode I.

Die potentiometrische Bestimmung des Kohlenmonoxydes der Luft im Laboratorium.

Man sammelt die Luftproben in 100 ml-Gaspipetten, leitet bei 25° C in der von Kauko[11] beschriebenen Apparatur durch die eine Spirale gleichzeitig Hydroxydcarbonatlösung von der ungefähren Zusammensetzung: $2 \cdot 10^{-4}$ Mol/l $NaHCO_3$ + 0,0998 Mol/l KCl und das zu untersuchende Gas, und durch die andere Spirale 100%iges Kohlendioxyd nebst der genannten Hydrogencarbonatlösung. Die Geschwindigkeit des Flüssigkeitsstromes soll ungefähr 0,1 l/Std und diejenige des Gases etwa 0,5 l/Std betragen. Die Flüssigkeiten sammeln sich jede in ihrer Elektrode. Nach etwa 10 min gibt man Chinhydron hinzu, mißt das Potential E in mV und berechnet nach der Formel:

$$\log \frac{x}{100} = \frac{E}{0{,}059} + 0{,}15$$

den Kohlensäuregehalt der Luft in Prozenten.

Zur eigentlichen Bestimmung des CO leitet man die Luft bei 150° C über J_2O_5 oder über Hopcalite II (bestehend aus 60% MnO_2, 40% Cu_2O) und arbeitet dann wie beschrieben weiter. Man bekommt dann die Summe ($[CO_2] + [CO]$) der Luft. Da der CO_2-Gehalt bereits bekannt ist, so berechnet sich der CO-Gehalt der Luft. Wenn die Meßgenauigkeit des Potentiometers $\pm$ 0,5 mV beträgt, so kann der CO-Gehalt mit der Genauigkeit $\pm$ 2,3% bestimmt werden.

Man kann auch CO_2 aus der Luft zuerst entfernen und bekommt dann sofort den CO-Gehalt.

Methode II.

Die colorimetrische Bestimmung.

Es werden Pufferlösungen zwischen p_H 7—7,5 mit p_H-Stufen von 0,1 hergestellt. Die Zusammensetzung der Lösungen, ihre p_H-Werte und den zugehörigen CO_2-Druck ersieht man aus Tab. 2.

Tabelle 2.

1.	2.	3.	4.
$^1/_{15}$ Mol/l KH_2PO_4 ml	$^1/_{15}$ Mol/l Na_2HPO_4, 12 H_2O ml	p_H-Wert	P_{CO_2}
3,5	6,5	7,07	0,092
3,0	7,0	7,17	0,073
2,5	7,5	7,27	0,058
2,0	8,0	7,38	0,045
1,5	8,5	7,55	0,031

Von diesen Lösungen gibt man je 50 ml in Probierröhrchen, setzt 0,5 ml alkoholische 0,25%ige Bromthymolblaulösung hinzu und wendet sie als Vergleichslösung an. Die zu untersuchende CO-haltige Luft wird zur Entfernung der Luftkohlensäure über CaO und dann wie oben beschrieben über den Katalysator zur Verbrennung von CO geleitet. Das Gas wird 15 min durch eine Lösung, die $2 \cdot 10^{-4}$ Mol/l $NaHCO_3$ + 0,0998 M/L KCl enthält, geleitet und in einem Teil der Lösung mit Hilfe der obigen Vergleichslösungen der p_H-Wert colorimetrisch bestimmt. Durch einen anderen Teil der Hydrogencarbonatlösung wird nochmals 15 min lang CO-haltige Luft durchgeleitet und der p_H-Wert bestimmt. Wenn die Werte übereinstimmen, kann man den Druck der Kohlensäure aus den Ausdrücken:

$$-\log P = p_H - 3{,}876 - 0{,}0057\, t$$

$$CO\,\% = \frac{P \cdot 100}{B - p_{H_2O}} \cdot 760 \text{ berechnen.}$$

In der Gleichung bedeuten: B den Barometerstand und p_{H_2O} den Dampfdruck des Wassers bei der Temperatur t.

Literatur.

[1] Bureau of Mines: Rep. Investigations **1923**, 2486. — [2] Christman, A. A., W. D. Block u. J. Schulz: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **9**, 153 (1937); vgl. diese Z. **117**, 276 (1939). — [3] Cole, J. W., J. M. Salsbury u. J. H. Yoe: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **2**, 115 (1948); vgl. diese Z. **131**, 306 (1950). — [4] Cook, F.: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **12**, 661 (1940). — [5] Ditte, A.: Bull. Soc. chim. (France) **13**, 318 (1870). — [6] Furmann u. Scott: Stand. Methods chem. Anal., S. 2404; 5. Ed., 1948. — [7] Gautier, A.: Gas Lighting **121**, 547 (1890). — [8] Güntelberg, E., u. E. Schiödt: Z. physik. Chem. **135**, 393 (1928); vgl. auch diese Z. **102**, 395 (1935). — [9] de la Harpe, Ch., u. F. Reverdin: Chemiker-Ztg. **12**, 1726 (1888); vgl. diese Z. **28**, 391 (1889). — [10] Katz, M., u. J. Katzman: Analyst (London) **74**, 467 (1949). —

[11] Kauko, Y.: Z. angew. Chem. **47**, 164 (1934); **48**, 539 (1935); vgl. diese Z. **101**, 421 (1935); Y. Kauko u. J. Carlberg: Z. anorg. allg. Chem. **33**, 223 (1935); siehe auch diese Z. **102**, 393 (1935). — [12] Kauko, Y.: Ing. Vetens. Akad. (I.V.A.) **1949**, 2. — [13] Kauko, Y., u. T. Yli-Uotila: Suomen Kemistilehti **13**, 2 (1936). — [14] Lamb, A. B., u. Larson: J. Amer. chem. Soc. **1919**, 1908. — [15] Lindsley, Ch. H., u. J. H. Yoe: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **2**, 127 (1948); vgl. diese Z. **131**, 306 (1950). — [16] Ljunggren, G., u. G. Franz: Svensk. kem. Tidskr. **44**, 279 (1932). — [16a] Luft, K.F.: Z. techn. Physik **24**, 97 (1943). — [17] Palmer, G.: Exp. physic. Chemistry **1949**, 233. — [18] Vandeveer, F. E., u. R. C. Gregg: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **1**, 129 (1929); vgl. diese Z. **82**, 79 (1930).

Prof. Yrjö Kauko, Légation de Finlande, Ankara.

Aus der Versuchsanstalt der Fürstlich Hohenzollernschen Hüttenverwaltung Laucherthal.

Eine neue photometrische Bestimmungsmethode für Kupfer mit Nitrilotriessigsäure.

Von

Walter Nielsch* und **Gerhard Böltz.**

Mit 3 Textabbildungen.

(Eingegangen am 25. März 1954.)

Einleitung.

Kürzlich haben wir gezeigt, daß es möglich ist, größere Kupfermengen auf photometrischem Wege als Sulfat zu bestimmen[1]. Wir hatten schon darauf aufmerksam gemacht, daß die Nitrilotriessigsäure hierzu ebenfalls geeignet ist. Im nachfolgenden wird gezeigt, daß die Verwendung der Nitrilotriessigsäure für manche technisch-analytische Aufgaben tatsächlich von Vorteil sein kann.

Versuche und Versuchsergebnisse.

Alle bei den nachfolgend beschriebenen Versuchen benutzten Reagenzien waren, soweit eine Abweichung nicht angegeben ist, Präparate p. a. der Firma Merck, Darmstadt oder I. D. Riedel-De Haën, Seelze/Hann. bzw. der Chemischen Fabrik vormals Siegfried, Zofingen (Schweiz). Das Kupfer wurde in Form eines sehr reinen Elektrolytkupfers benutzt.

Apparatur. Die optischen Messungen zur Ermittlung der Durchlässigkeitskurven der Kupferkomplexverbindungen der Nitrilotriessigsäure wurde mit einem Spektralphotometer mit Monochromator Type M4 der Firma Carl Zeiss, Oberkochen, ausgeführt. Die weiteren Untersuchungen wurden mit Hilfe filterphotometrischer Messungen im Gerät Elko II der Firma Carl Zeiss, Oberkochen, vorgenommen. Das Gerät Elko II wurde hierbei mit der Glühlampe, Filter S72E und verschiedenen Küvetten benutzt. Im übrigen kam bei der Benutzung dieses Gerätes die schon früher ausführlich beschriebene Arbeitstechnik zur Anwendung[2].

Die verwendeten Volumenmeßgeräte waren amtlich geeicht. Die Messung der pH-Werte wurde auf elektrometrischem Wege durchgeführt.

---

* Z. Z. bei Fa: I. D. Riedel-De Haën, Seelze/Hann.

Durchlässigkeitskurven des Komplexes der Nitrilotriessigsäure mit Kupfersalzen.

Kupfersalzlösungen wurden mit überschüssigem Komplexon I versetzt. Die Konzentration der Lösungen war so gewählt, daß sich bei der Messung im Gerät Elko II eine Extinktion von etwa 0,6 ergab. Die p_H-Werte der Lösungen wurden im Bereich p_H 5,1—9,5 geändert. Wie man aus Abb. 1 ersehen kann, liegen die flachen Absorptionsmaxima der Komplexlösungen bei p_H 5,1 zwischen etwa 690 und 710 mμ, bei p_H 9,5

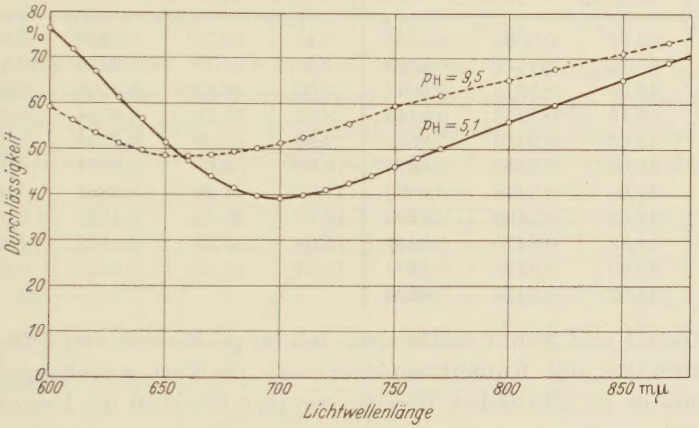


Abb. 1. Durchlässigkeitskurven von Kupfernitrilotriessigsäure bei p_H 5,1 und p_H 9,5.

zwischen 640 und 680 mμ. Man benutzt daher zweckmäßig für die filterphotometrischen Messungen bei den kleineren p_H-Werten das Filter S 72 E in Verbindung mit der Glühlampe, während bei der Messung der alkalischen Lösung besser das Filter I 66 Verwendung findet.

Abhängigkeit der Extinktion des Kupfer-Nitrilotriessigsäurekomplexes vom p_H-Wert.

Zur genaueren Untersuchung der p_H-Abhängigkeit der Extinktion des Komplexes verfuhr man wie folgt:

Kupferstammlösung. Man löste 4,0000 g Kupfer in 25 ml Salpetersäure 1:1, verkochte die nitrosen Gase und brachte mit Wasser auf ein Volumen von 1000 ml. Diese Lösung enthält 4,00 mg Cu/ml.

Komplexonlösung. 19,11 g Komplexon I wurden mit nicht ganz 0,2 Molen NaOH in Lösung gebracht, mit Hilfe zusätzlicher Natronlauge auf einen p_H-Wert von 6,0 eingestellt und auf 1000 ml aufgefüllt.

Versuchsausführung. 10,00 ml der Kupferstammlösung wurden mit einer Bürette jeweils in einen 100 ml-Meßkolben gegeben und mit 20 ml

Komplexonlösung versetzt. Dann wurde mit Natronlauge oder Salpetersäure jeweils der in Tab. 1 verzeichnete p_H-Wert eingestellt und zur Marke aufgefüllt.

Tabelle 1. *Abhängigkeit der Extinktion des Kupfer-Nitrilotriessigsäurekomplexes vom p_H-Wert.*
Meßbedingung: Elko II, Filter S72E, Glühlampe, 1,000 cm-Küvetten. Kupferkonzentration 0,400 mg Cu/ml.

p_H-Wert	Durchlässigkeit in %	Extinktionsmodul	Extinktionskoeffizient	p_H-Wert	Durchlässigkeit in %	Extinktionsmodul	Extinktionskoeffizient
0,22	85,82	0,0664	0,1650	6,48	45,20	0,3449	0,8672
1,19	67,35	0,1717	0,4293	7,51	47,10	0,3270	0,8175
1,80	47,66	0,3219	0,8047	8,00	48,92	0,3105	0,7762
2,15	46,15	0,3358	0,8445	8,65	52,55	0,2794	0,6985
2,35	45,55	0,3415	0,8537	9,49	52,55	0,2794	0,6985
2,92	45,00	0,3468	0,8670	10,60	50,69	0,2951	0,7377
3,19	44,90	0,3478	0,8696	11,75	41,20	0,3851	0,9627
3,68	44,88	0,3480	0,8700	12,70	38,55	0,4140	1,0350
4,10	44,89	0,3479	0,8697	13,08	38,88	0,4103	1,0257
5,50	44,90	0,3478	0,8696	13,52	41,02	0,3870	0,9675
6,01	44,92	0,3476	0,8690				

Aus Tab. 1 und Abb. 2 ergibt sich, daß im p_H-Bereich von 3,20—6,0 die Extinktion des Kupferkomplexes vom p_H-Wert unabhängig ist. Weiterhin ist im alkalischen Bereich von p_H 8,65—9,50 die Extinktion

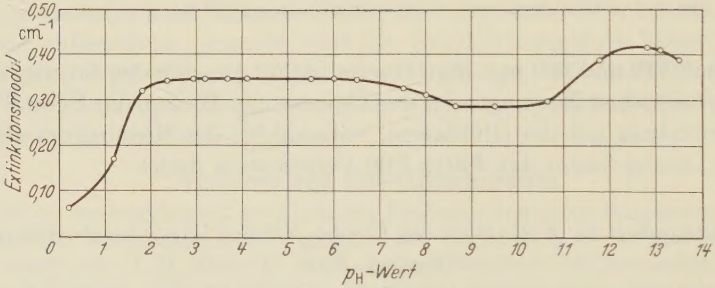


Abb. 2. Abhängigkeit der Extinktion des Kupfernitrilotriessigsäurekomplexes vom p_H-Wert.

ebenfalls konstant. Unsere weiteren Untersuchungen erstrecken sich zunächst nur auf den sauren Bereich, obwohl auch im alkalischen Bereich eine Bestimmung möglich ist.

Abhängigkeit der Extinktion des Kupferkomplexes der Nitrilotriessigsäure vom Reagensüberschuß.

10,00 ml Kupferstammlösung wurden in einen 100 ml-Meßkolben gegeben und steigende Mengen von Komplexonlösung hinzugefügt. Dann wurde die Lösung abgepuffert und zur Marke aufgefüllt. Die Ergebnisse sind in Tab. 2 und Abb. 3 wiedergegeben.

Tabelle 2. *Abhängigkeit der Extinktion des Kupferkomplexes der Nitrilotriessigsäure vom Reagensüberschuß.*
Meßbedingung wie in Tab. 1.

p_H-Wert	Komplexon-Lösung zugefügt ml	Durchlässigkeit in %	Extinktionsmodul	p_H-Wert	Komplexon-Lösung zugefügt ml	Durchlässigkeit in %	Extinktionsmodul
4,88	1,00	88,31	0,0540	4,70	6,00	46,34	0,3340
4,85	2,00	77,62	0,1100	4,65	7,00	44,92	0,3476
4,80	3,00	68,24	0,1660	4,70	8,00	44,90	0,3478
4,79	4,00	59,97	0,2221	4,70	9,00	44,92	0,3476
4,75	5,00	52,60	0,2790	4,78	10,00	44,89	0,3479

Wie man aus der Abb. 3 ersehen kann, ist die Extinktion von der Konzentration der Nitrilotriessigsäure linear abhängig, solange diese gegenüber Kupfer nicht im Überschuß vorhanden ist. Sobald der Äquivalenzpunkt erreicht ist, ist die Extinktion konstant und unabhängig

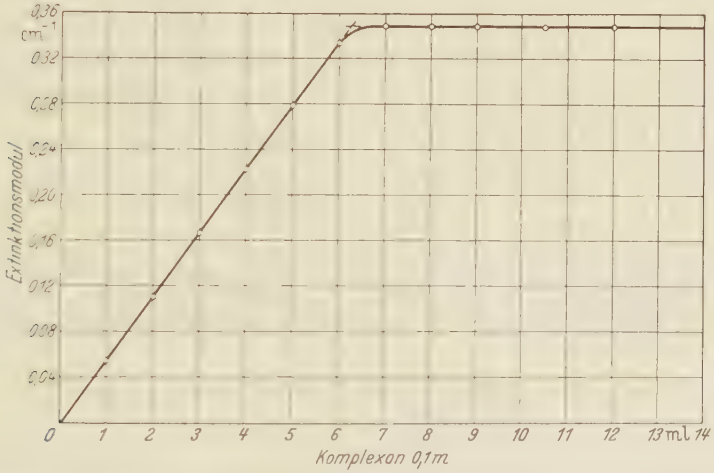


Abb. 3. Abhängigkeit der Extinktion des Kupfernitrilotriessigsäurekomplexes vom Zusatz an Nitrilotriessigsäure.

von einem etwaigen Reagensüberschuß. Man sieht daraus, daß es grundsätzlich möglich sein muß, das Kupfer mit Nitrilotriessigsäure ohne Indicator durch lichtelektrische Indication zu titrieren.

Einfluß der Lösesäuren bei der Bestimmung des Kupfers mit Nitrilotriessigsäure.

Es wurde näher untersucht, ob die in der Analyse verwendeten Säuren zum Lösen der Metallproben einen Einfluß auf die Extinktion ausüben können. Hierzu wurden entsprechende Mengen Kupfer mit verschiedenen Lösesäuren in die entsprechenden Salze überführt. Dann wurden diesen Lösungen mit bekannten Kupfergehalten Teilmengen entnommen, mit 20,00 ml Komplexonlösung versetzt, der p_H-Wert in den Bereich 4—5 eingestellt und zur Marke aufgefüllt.

Tabelle 3.
Einfluß der Lösesäuren bei der Bestimmung des Kupfers mit Nitrilotriessigsäure.
Meßbedingung wie in Tab. 1.

Lösesäure	Kupferkonzentration in mg Cu/ml	Durchlässigkeit %	Extinktionsmodul	Extinktionskoeffizient
Salpetersäure	0,20	66,99	0,1740	0,8700
	0,60	30,06	0,5220	0,8700
Schwefelsäure	0,30	54,83	0,2610	0,8700
Gemisch: Salpetersäure Schwefelsäure Phosphorsäure 1:0,5:0,5	0,50	36,73	0,4350	0,8700
	0,80	20,14	0,6960	0,8700
Salzsäure.	0,40	44,86	0,3481	0,8701
mit Bromzusatz	0,80	20,15	0,6959	0,8698
Bromwasserstoffsäure	0,10	81,84	0,0870	0,8700
mit Bromzusatz	0,50	36,74	0,4350	0,8700

Aus der letzten Spalte der Tab. 3 kann man ersehen, daß die zum Lösen der Kupferprobe benutzten Säuren oder Säuregemische keinen Einfluß auf die Ausbildung der Extinktion ausüben.

Einfluß verschiedener Puffersalze bei der Bestimmung des Kupfers mit Nitrilotriessigsäure.

10,00 ml der Kupferstammlösung wurden in einen 100 ml-Kolben gegeben und mit 20 ml Nitrilotriessigsäurelösung versetzt. Dann wurde durch Zugabe verschiedener Pufferlösungen der p_H-Wert in den Bereich von 4,8—5,5 gelegt, die Lösung zur Marke aufgefüllt und im Elko II gemessen. Die erhaltenen Ergebnisse sind in Tab. 4 wiedergegeben.

Tabelle. 4. *Einfluß verschiedener Puffersalze bei der Bestimmung des Kupfers mit Nitrilotriessigsäure.*
Meßbedingung wie in Tab. 1.

Puffersalz	Durchlässigkeit %	Extinktionsmodul	Extinktionskoeffizient
Kaliumtetraborat	44,89	0,3479	0,8697
Natriumtartrat	44,92	0,3476	0,8690
Ammoniumacetat	44,90	0,3478	0,8696
Ammoniumchlorid	44,88	0,3480	0,8700

Aus den vorstehenden Werten ergibt sich, daß die verschiedenen Puffersubstanzen, die zur Einstellung des p_H-Wertes herangezogen werden können, auf die Extinktionen keinen Einfluß ausüben.

Einfluß von Temperatur und Zeit auf die Ausbildung der Extinktion.

Besondere Versuche haben gezeigt, daß die Extinktion in dem Temperaturbereich 16—29° C unter den von uns gewählten Meßbedingungen

keine Änderung erfährt. Weiterhin ist die Extinktion nach der Reagenszugabe und Auffüllen zur Marke sofort konstant und hält sich unverändert bei wochenlangem Aufbewahren.

Gültigkeitsgrenzen des LAMBERT-BEER*schen Gesetzes für die Bestimmung des Kupfers mit Nitrilotriessigsäure.*

Verschiedene Mengen Kupferlösung wurden mit einer Bürette jeweils in einen 100 ml-Kolben gegeben, mit Komplexon I-Lösung versetzt und mit Pufferlösung auf einen p_H-Wert zwischen 4—5 gebracht. Die Lösungen wurden dann in verschiedenen Schichtdicken gemessen. Das Ergebnis dieser Versuche ist in Tab. 5 wiedergegeben.

Tabelle 5. *Gültigkeitsgrenzen des* BEER*schen Gesetzes für die Bestimmung des Kupfers mit Nitrilotriessigsäure.*
Meßbedingung: Elko II, Filter S 72 E, Glühlampe, 5,000 cm-Küvetten (Nr. 1—3) bzw. 1,000 cm-Küvetten (Nr. 4—6).

Nr.	Kupferkonzentration mg Cu je ml Lösung	Durchlässigkeit in %	Extinktion für 5,000 bzw. 1,000 cm-Küvetten	Extinktionsmodul	Extinktionskoeffizient
1	0,040	67,00	0,1739	0,0347	0,872
2	0,090	40,60	0,3915	0,0783	0,870
3	1,00	36,72	0,4351	0,0870	0,870
4	3,00	54,80	0,2612	2,612	0,871
5	5,00	36,75	0,4347	4,347	0,869
6	7,00	24,65	0,6082	6,082	0,869

Wie man aus den vorstehenden Meßergebnissen feststellen kann, ist das BEERsche Gesetz in einem weiten Konzentrationsbereich, nämlich von 0,04—7,00 mg Kupfer/ml Lösung, recht streng erfüllt.

Zusammenfassung.

Mit einem Spektralphotometer wurden Lösungen der Kupferkomplexverbindung mit Nitrilotriessigsäure bei verschiedenen p_H-Werten in verschiedenen Spektralbereichen gemessen. Es wurde gefunden, daß sich das Absorptionsmaximum in schwach sauren Lösungen bei 690 bis 710 mμ, im alkalischen Gebiet zwischen 640—680 mμ befindet. Man benutzt daher zweckmäßig bei dem Gerät Elko II und Glühlampe für Messungen im sauren Bereich das Filter S 72 E und für den alkalischen Bereich das Filter I 66. Es wird gezeigt, daß im p_H-Bereich von 3,20—6,0 die Extinktion des Kupferkomplexes vom p_H-Wert unabhängig ist. Im alkalischen Bereich ist die Extinktion bei p_H-Wert 8,65—9,50 ebenfalls konstant. Ein Überschuß von Nitrilotriessigsäure übt keinen Einfluß auf die Extinktion aus. Es ist auch gleichgültig, in welchen Säuren die Proben gelöst werden und welche Puffersubstanzen zur Einstellung der p_H-Werte verwendet werden. Die Extinktion des Komplexes ist nach Reagenszugabe sofort konstant und bleibt dies auch wochenlang.

In dem Temperaturbereich von 16—29° C konnte keine Temperaturabhängigkeit der Extinktion festgestellt werden. Das Beersche Gesetz ist in Lösungen mit einem p_H-Wert zwischen 4—5 in dem Konzentrationsbereich 0,04—7,00 mg Kupfer/ml Lösung streng erfüllt. Kupfer kann mit Nitrilotriessigsäure auch im alkalischen Bereich photometrisch bestimmt werden, doch wurde dies nicht näher untersucht.

Literatur.

[1] Nielsch, W., u. G. Böltz: diese Z. **141**, 321 (1954). — [2] Nielsch, W., u. G. Böltz: diese Z. **142**, 329 (1954).

Dr. Walter Nielsch, Seelze/Hann., Hannoversche Str. 33.

Aus dem Karolinen-Kinderspital der Stadt Wien (Vorstand: Prof. Dr. A. Solé).

Quantitative chemische Analyse mittels Stagoskopie.

Von

Alphons Solé.

(Eingegangen am 7. April 1954.)

Die nachstehend kurz beschriebene Methode hat folgende Grundlage: Setzt man die Lösung eines in charakteristischer Weise kristallisierenden Salzes der Lösung einer anderen Substanz zu, mit der sie unter Bildung einer neuen Verbindung reagiert, so bleibt es so lange unmöglich, die charakteristischen Kristalle der erstgenannten Substanz aus dem Gemisch darzustellen, als noch eine Reaktion stattfindet. Im Augenblicke jedoch, wo durch einen weiteren Zusatz der erstgenannten Substanz ein Überschuß an dieser eintritt, müßte es wieder gelingen ihre charakteristischen Kristalle nachzuweisen.

Praktisch wird nun in der Weise verfahren, daß der Kristallnachweis in einem der Flüssigkeit entnommenen und zur langsamen Eintrocknung gebrachten Tropfen geführt wird. Daher wurde diese Methode von uns als *Stagoskopie*, das ist Tropfenschau, der einzelne zur Untersuchung gelangende Tropfen als *Stagogramm* bezeichnet.

Methodik. Es werden benötigt: eine Torsionswaage; Glashütchen aus dünnstem Glas (etwa 100 mg Gewicht bei einem Fassungsraum von ungefähr 400 mg Flüssigkeit), die in einer Silberdrahtschlinge am Haken der Torsionswaage aufgehängt werden; ferner eine Platinöse ($1^1/_2$ mm Durchmesser, rund in sich geschlossen, so daß mit ihr ganz gleichmäßige Tropfen gesetzt werden können); geschliffene Objektträger; feinste Glaspipetten und Glasstäbchen.

Beispiel einer stagoskopischen Kochsalzbestimmung. Gewicht des Glashütchens: 197 mg. Gewicht nach Zusatz eines Tropfens einer 0,1 n NaCl-Lösung: 243 mg, Gewicht des NaCl-Tropfens: 46 mg. Es werden nun mittels einer feinsten Capillarpipette aus einer 0,05 n Silberacetatlösung jeweils einer oder mehrere Tr. zugesetzt (wobei die einzelnen Tr. nicht mehr als 4—5 mg wiegen dürfen). Nach Zusatz der

Tropfen wird deren Gewicht bestimmt, sodann mittels eines feinen Glasstäbchens umgerührt und mit der Platinöse ein kleiner Tr. dem Gemisch entnommen. Dieser wird auf einem Objektträger in waagerechter Lage, frei, bei Zimmertemperatur zwischen 20 und 23° C und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 45—50% eintrocknen gelassen. Neuerliche Wägung des Hütchens ergibt sein Gewicht zwischen 1—2 mg. Das vollkommen eingetrocknete Stagogramm wird (jetzt bzw. am Ende des ganzen Analysenganges) mikroskopisch besichtigt, wobei es darauf ankommt, das erstmalige Auftreten der charakteristischen Silberacetatnadeln festzustellen. Nach dem Säubern und Ausglühen der Platinöse und Säubern des Glasstäbchens werden die nächsten Tropfen Silberacetatlösung zugesetzt. Man bestimmt deren Gewicht, rührt um, setzt mit der Öse ein zweites Stagogramm neben dem ersten, usw. und setzt dies solange fort, bis sich zum ersten Mal in einem Stagogramm die charakteristischen Nadeln zeigen. Dieses Stagogramm stellt dann den Endpunkt der Titration dar, da zum ersten Mal überschüssiges Silberacetat auftritt. In obigem Beispiel wurden vorgelegt 46 mg 0,1 n NaCl-Lösung und drei Tropfen 0,05 n Ag-acetatlosung zugesetzt. Gewicht des Hütchens samt Inhalt: 258 mg. Davon ab das frühere Gewicht des Hütchens mit dem Kochsalztropfen von 243 mg ergibt das Gewicht der zugesetzten drei Tropfen mit 15 mg. Nach Umrühren und Entnahme des ersten Stagogramms wird neuerlich gewogen: 257 mg. Es wurde für die letzte Manipulation daher 1 mg verbraucht. Man setzt nun neuerlich drei Tropfen Silberacetatlosung zu und verfahrt wie früher, es entsteht ein zweites Stagogramm. Und so geht es weiter bis zu jenem Stagogramm, in dem zum ersten Mal die kennzeichnenden Ag-Acetatnadeln auftreten. Es wird nun berechnet wieviel Silberacetat verbraucht worden ist. Die Summe der Gewichte der zugesetzten Acetattropfen beträgt in diesem Falle 91 mg. Es wurden demnach 91 mg einer 0,05 n Silberacetatlösung auf 46 mg einer 0,1 n Kochsalzlosung verbraucht. Der Fehler ist daher etwas größer als 1,0%.

Es ist zweckmäßig, in einem Vorversuch einen Überblick über die Lage des kritischen Stagogramms zu gewinnen. Man wird z. B. jeweils 6 Tropfen Silberacetatlösung zusetzen und ein Stagogramm anfertigen. Auf diese Weise wird festgestellt, daß der Umschlag, d. h. das erstmalige Auftreten der Nadeln zwischen dem 3. und 4. Stagogramm eintritt. Daraus erkennt man, daß man bei der nachfolgenden Hauptitration nach den ersten 18 Tropfen nur mehr tropfenweise vorgehen darf. Man kann auf diese Weise die exakte Stelle, bei der zum ersten Male die Silberacetatnadeln auftreten, stagoskopisch fixieren. Es ist selbstverständlich, daß man nicht gezwungen ist, nach jedem Stagogramm zu mikroskopieren, sondern daß es zweckmäßig ist, dies erst nach Anfertigung einer Reihe solcher zu tun. Ein Übertitrieren kann keinen Schaden anrichten, da die einzelnen Stagogramme auf jeden Fall den Endpunkt der Titration festhalten.

Ebenso wie in diesem Beispiel einer Kochsalzbestimmung war es uns möglich, Schwefelsäure mittels Bariumchlorid und Calciumchlorid mittels Ammoniumoxalat stagoskopisch zu bestimmen. Die stagoskopische Analyse kann auch in jenen Fällen angewendet werden, wo man es mit doppelbrechenden, demnach im Polarisationsmikroskop erkennbaren Kristallen zu tun hat. Auf diese Weise ist es z. B. möglich, eine Digitoninlösung gegenüber Cholesterin zu bestimmen, indem das erstmalige Erscheinen der doppelbrechenden Cholesterinkristalle im Stagogramm das Ende der Titration anzeigt.

Zwei Forderungen müssen zu einer erfolgreichen stagoskopischen Analyse erfüllt werden: 1. Die Lösung, mit der titriert wird, muß mikro-

skopisch eindeutig diagnostizierbare Kristalle bilden. 2. Die Reaktion der Titrierlösung mit der zu bestimmenden Lösung muß prompt und vollständig stattfinden, d. h. es darf keine Verzögerung in der Verbindung zwischen den beiden Substanzen eintreten.

Mit Hilfe der stagoskopischen quantitativen Analyse, die auch *prinzipiell* eine neue Methode der quantitativen chemischen Analyse darstellt, ist es demnach, wie die angegebenen Beispiele dartun, möglich, kleine Mengen bestimmter Stoffe zu erfassen. In den erwähnten Fällen wird man wohl seltener von ihr Gebrauch machen. Es wäre jedoch ohne weiteres möglich, daß sie in Zukunft zur Lösung gewisser Probleme herangezogen werden könnte, weshalb ihre kurze Bekanntgabe hier erfolgte.

Prof. Dr. Alphons Solé, Wien 13, Auhofstraße 237.

Aus dem Institut für anorganische und analytische Chemie der Universität Mainz.

Systematische Untersuchungen über die Anwendbarkeit der Diäthyldithiocarbaminate in der Analyse.

1. Mitteilung.

Die Beständigkeit des Natrium-Diäthyldithiocarbaminates und seine Extrahierbarkeit in Abhängigkeit vom p_H-Wert der Lösung.

Von

Helmut Bode.

Mit 3 Textabbildungen.

(Eingegangen am 12. April 1954.)

A. Die Beständigkeit des Natriumdiäthyldithiocarbaminates in Lösungen unterschiedlichen p_H-Wertes.

Die Angaben über den Einfluß des p_H-Wertes auf das Verhalten des Diäthyldithiocarbaminates* in Lösungen sind uneinheitlich. So schreibt Coulson[3], daß der p_H-Wert die Färbung der Kupfer-DDTC-Verbindung im p_H-Bereich 5,7—9,2 kaum beeinflußt, während Ventura und White[9] eine Konstanz der Färbung für den p_H-Bereich 4,4—10 gefunden haben. Nach Gleu und Schwab[4] werden Lösungen von Natrium-DDTC bei einem p_H-Wert von etwa 5 schnell zersetzt. Černichov und Dobkina[2] extrahieren mit Natrium-DDTC und Äthylacetat Wolfram bei p_H = 1 bis 1,5 und Rhenium sogar aus einer Lösung in konzentrierter Salzsäure. Auch Wismut, Nickel und Blei sollen sich nach ihren Angaben in analoger Weise aus stark sauren Lösungen extrahieren lassen. Dagegen findet

* Im folgenden als DDTC bezeichnet.

Martin[7] bei der Extraktion des Kupfer-DDTC mit Chloroform im p_H-Bereich 1—5 zu niedrige und stark schwankende Werte für Kupfer, was er auf eine Zersetzung des Reagenses zurückführt. An anderer Stelle gibt der gleiche Autor an[6], daß bei p_H 1 nach 30 min 0,5 mg Natrium-DDTC vollkommen zersetzt sind. Bei p_H 6,2 soll das Reagens nach $^1/_2$ Std nur zu einem geringen Teil zersetzt sein, dann aber schnell zerfallen. Nach Sandell[8] ist die 1%ige wäßrige Lösung dieses Salzes einige Wochen stabil. Bei eigenen Versuchen zeigte sich beim Aufnehmen des Absorptionsspektrums einer 0,02%igen rein wäßrigen Lösung, daß diese sich, wenn auch langsam, zersetzt. Die folgenden Versuche dienen der Klärung dieser sich teilweise widersprechenden Angaben.

Reagenzien und Apparaturen.

1. Wasser. Gewöhnliches destilliertes Wasser enthält meist geringe Mengen an Schwermetallen: Kupfer, Zinn usw. Die Absorptionsspektren der DDTC-Verbindungen dieser Elemente sind durchweg so gestaltet, daß bei deren Anwesenheit auch in sehr kleinen Mengen eine einwandfreie Bestimmung der freien Diäthyldithiocarbaminsäure nicht mehr möglich ist[1]. Deshalb wurde zu allen Versuchen doppelt destilliertes Wasser genommen, das aus einem Jenaer Glaskolben durch einen Quarzkühler destilliert worden war.

2. DDTC. Es wurden verschiedene Präparate der Firma E. Merck-Darmstadt ohne weitere Reinigung verwendet. Dem Salz kommt die Formel $(C_2H_5)_2NCS_2Na \cdot 3H_2O$ zu. Die Gebrauchslösungen enthielten durchweg 1,0 mg des Salzes/ml in schwacher Sodalösung von p_H 8,5—9,0. (Über die Haltbarkeit solcher Lösungen siehe Seite 418.)

3. Puffersubstanzen, Säuren, Basen. Die 10fache Menge, der jeweils bei den einzelnen Versuchen angewandten Reagenzien wurde durch Extraktion mit DDTC und Tetrachlorkohlenstoff auf störende Verunreinigungen geprüft.

4. Tetrachlorkohlenstoff. Zur Vorbereitung des im Handel bezogenen CCl_4, sowie zur Rückgewinnung des gebrauchten Lösungsmittels, wurde dieses zunächst solange mit frischen Anteilen konz. Schwefelsäure geschüttelt, bis beide Phasen nach der Trennung farblos blieben. Anschließend wurde einmal mit Wasser, zweimal mit n NaOH-Lösung und dann wieder mit Wasser durchgeschüttelt und schließlich von frisch gebranntem Kalk abdestilliert. (Wenn die durch Extraktion von Metall-DDTC-Verbindungen mit CCl_4 erhaltenen gefärbten Lösungen ausbleichen, was besonders bei wiederholt für die Extraktion KCN-haltiger Lösungen verwendetem Lösungsmittel beobachtet wird, so schließt man noch eine Reinigung mit frisch ausgeglühter Aktivkohle an.) Die Aufbewahrung erfolgt in einer braunen Flasche.

5. p_H-Messung. Es wurde das Gerät PHM 24 der Firma Radiometer, Kopenhagen, benutzt. Die verwendete Glaselektrode zeigt erst oberhalb von p_H 11,0 einen merklichen Alkalifehler, der Korrekturen notwendig gemacht hätte. Durch laufend eingeschaltete Kontrollmessungen an Standardpuffern, deren p_H-Wert nicht mehr als 1,5 Einheiten von dem zu messenden entfernt war, wurde die Richtigkeit der Anzeige überprüft.

6. Spektralphotometer. Alle Messungen wurden mit dem Spektralphotometer mit Monochromator M 4 Q der Firma Zeiss-Opton durchgeführt.

7. Küvetten. Es wurden Quarzküvetten mit einem Fassungsvolumen von etwa 9 ml (d = 2,00 cm) und etwa 20 ml (d = 5,00 cm) verwendet.

Möglichkeiten zur Bestimmung des DDTC.

Die Bestimmung der Zersetzungsgeschwindigkeit des DDTC kann so durchgeführt werden, daß man eine abgemessene Menge des Reagenses zu einer Pufferlösung von bekanntem p_H-Wert gibt, nach einiger Zeit alkalisch macht, um die Zersetzung des Reagenses zu stoppen und einen Überschuß einer Kupferlösung zugibt. Das sich bildende Kupfer-DDTC extrahiert man mit einem organischen Lösungsmittel und bestimmt aus der Farbtiefe dieses Extraktes die Menge des zum Zeitpunkte des Alkalischmachens noch unzersetzten DDTC. Dieses von Martin[6] für einige Versuche angewandte Verfahren ist umständlich und zeitraubend.

Wesentlich einfacher und eleganter lassen sich die Geschwindigkeitsverhältnisse bei der Zersetzung des Reagenses studieren, wenn man dessen Absorptionsspektrum verwendet und den Verlauf der Absorptionsminderung bei einer geeigneten Wellenlänge in Abhängigkeit vom p_H-Wert und von der Zeit messend verfolgt. Lösungen von Natrium-DDTC sind im Bereich des sichtbaren Lichtes nicht gefärbt, doch zeigen sie im UV-Licht ein charakteristisches Absorptionsspektrum, dessen verschiedene Maxima sich zu seiner quantitativen Bestimmung gut eignen.

Das Absorptionsspektrum wäßriger Lösungen von Natrium-DDTC.

Es wurden Lösungen mit Gehalten von 200, 40, 8, 2 und 0,8 μg Na-DDTC · 3 H_2O/ml in schwacher Sodalösung hergestellt und ihre Absorptionsspektren gegen Sodalösungen gleicher Konzentration gemessen. Einige für verschiedene Konzentrationsbereiche charakteristische Kurven sind in Abb. 1 dargestellt. Unter Verwendung der bei 350 mμ und 282 mμ gemessenen Absorptionswerte wurden Eichkurven gezeichnet. Im untersuchten Gebiet gilt bei den genannten Wellenlängen das Beer-Lambertsche Gesetz, wie sich aus Messungen der Absorption von Lösungen mit dazwischenliegenden Gehalten bei den angegebenen Wellenlängen ergab.

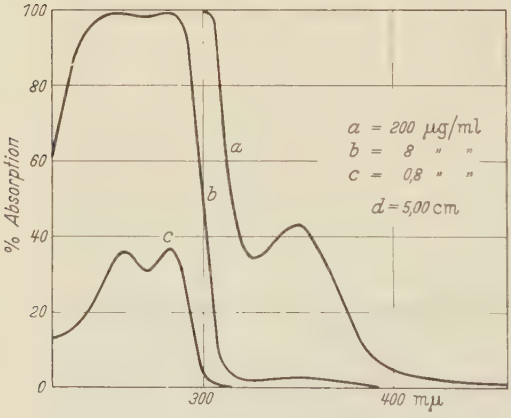


Abb. 1. Absorptionsspektrum des Natrium-Diäthyldithiocarbaminats in wäßriger Lösung.

Die Absorptionsbande, deren Maximum bei 350 mμ liegt, läßt sich zur Bestimmung von etwa 2—100 mg Natrium-DDTC je 100 ml Lösung bei

einer Schichtdicke d = 5,00 cm verwenden, während die wesentlich empfindlicheren Banden bei 282 mμ und 256 mμ für kleinere Mengen geeignet sind.

Versuchsdurchführung bei der Messung der Zersetzungsgeschwindigkeit des DDTC.

In 2 Quarzküvetten (d = 5,00 cm) wurden je 19 ml Pufferlösung gegeben. (Acetatpuffer vom p_H 4,0, 4,5, 5,0, 5,5; Phosphatpuffer vom p_H 6,0, 7,0; Boratpuffer vom p_H 8,5.) In die eine Küvette wurde 1 ml Wasser einpipettiert, in die zweite Küvette 1 ml einer frisch bereiteten wäßrigen Lösung von 5,0 mg/ml Natrium-DDTC. Nach dem Durchmischen wurde bei einer Temperatur von 18 bis 20° C die zeitliche Änderung der Absorption dieser Lösungen bei 350 mμ bzw. bei

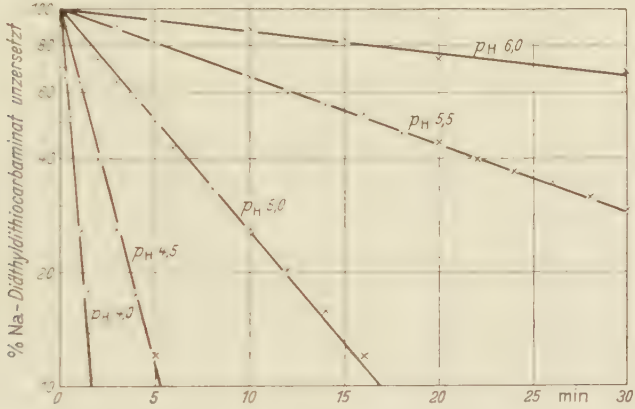


Abb. 2.
Einfluß des p_H-Wertes auf die Zersetzungsgeschwindigkeit des Natriumdiäthyldithiocarbaminates.

282 mμ verfolgt. Die zur Zeit der jeweiligen Messung noch unzersetzte Menge an Reagens wurde unter Verwendung der vorher hergestellten Eichkurven ermittelt. Die erhaltenen Werte sind in Abb. 2 graphisch aufgetragen.

Diskussion der Ergebnisse.

Durch Konstanthalten der H-Ionenkonzentration wird die bimolekulare Zerfallsreaktion:

$$\begin{matrix} R \\ R \end{matrix}\!\!>\!N\!-\!C\!-\!S\!-\!Na + H^+ \rightarrow \begin{matrix} R \\ R \end{matrix}\!\!>\!N\!-\!H + CS_2 + Na^+ \qquad (1)$$
$$\qquad\qquad\quad \| \qquad\qquad\qquad\qquad\quad (S)$$
$$\qquad\qquad\quad S$$

auf das Schema einer unimolekularen Reaktion zurückgeführt. Bei ausreichender Pufferkapazität wird sie demnach den Gesetzen für den Ablauf einer Reaktion erster Ordnung folgen. Dies wird durch den exponentiellen Verlauf der Zerfallskurven bestätigt.

Wegen des Zusammenhanges $T = \frac{1}{k} \times \ln 2$ kann die Halbwertszeit einer Reaktion erster Ordnung als anschaulicher Ausdruck für die Geschwindigkeitskonstante des Zerfalls betrachtet werden. Trägt man die

Logarithmen der Halbwertszeiten gegen den p_H-Wert auf, so erhält man eine Gerade. Die Halbwertszeit nimmt von p_H-Wert zu p_H-Wert um eine Zehnerpotenz zu. Demnach ist die Zerfallsgeschwindigkeit der H-Ionenkonzentration direkt proportional, ein Zusammenhang, der bei Betrachtung von Gleichung (1) ohne weiteres einleuchtet. Die Tab. 1 gibt eine Übersicht über die Halbwertszeiten des DDTC bei verschiedenen p_H-Werten. Die mit + versehenen Werte sind extrapoliert.

Tabelle 1. *Halbwertszeit des Zerfalls von Na-DDTC bei verschiedenen* p_H*-Werten.*

p_H-Wert	Halbwertszeit		p_H-Wert	Halbwertszeit	
2,0	0,3 sec	+	6,0	51 min	
3,0	3 sec	+	7,0	8,3 Std	
4,0	30 sec		8,0	3,5 Tage	+
4,5	1,5 min		8,5	11 Tage	
5,0	4,9 min		9,0	35 Tage	+
5,5	16,5 min				

Aus den angeführten Versuchsergebnissen läßt sich natürlich nichts über die Stabilität einmal gebildeter schwerlöslicher Metall-DDTC-Verbindungen sagen. Die Angabe, daß aus einer einen Kupferüberschuß enthaltenden Lösung von $p_H = 1{,}0$ bei unmittelbarer Extraktion nach Zugabe der Reagenslösung eine Menge an Kupfer-DDTC extrahiert werden kann, die etwa 60% der angewandten Reagensmenge entspricht[6], steht darum durchaus nicht im Widerspruch zu den mitgeteilten Ergebnissen, denn die Zersetzungsgeschwindigkeit des Kupfer-DDTC ist sicher von der der freien Säure verschieden. Andererseits dürfte aber sicher sein, daß ein Arbeiten in stark sauren Lösungen, wie es vorgeschlagen wurde[2], zum mindesten für quantitative Zwecke völlig ungeeignet ist.

Folgerungen für die praktische Anwendung des DDTC.

Für die analytische Praxis ergibt sich aus diesen Versuchen, daß man beim Arbeiten mit Natrium-DDTC möglichst p_H-Werte von etwa 6 oder darüber wählen sollte. Hier beträgt die Halbwertszeit des Reagenses 50 min oder mehr. Bei einigermaßen raschem Arbeiten bleibt also seine Zersetzung in erträglichen Grenzen. Die wäßrige Reagenslösung wird man zweckmäßig immer schwach alkalisch machen, um eine ausreichende Beständigkeit der Lösung zu sichern. Ist man aus irgendeinem Grunde genötigt, bei p_H-Werten unterhalb von etwa 6 zu arbeiten, so muß bei der Bemessung der Reagensmenge die jeweilige Zersetzungsgeschwindigkeit in Rechnung gesetzt und durch möglichst schnelles Arbeiten eine zu weitgehende Zersetzung ausgeschlossen werden.

Die Beständigkeit anderer disubstituierter Dithiocarbaminsäuren.

Da der Zerfall des DDTC an der N-C-Bindung ansetzt, ist anzunehmen, daß die Zersetzungsgeschwindigkeit disubstituierter Dithiocarbamin-

säuren durch die am N stehenden Substituenten *R* in der einen oder in der anderen Richtung beeinflußt wird. Gleu und Schwab[4] geben bei der qualitativen Überprüfung des Verhaltens verschiedener substituierter Dithiocarbaminate an, daß hinsichtlich der Beständigkeit dieser Verbindungen beim Erhitzen in einer Lösung vom p_H 5 graduelle Unterschiede bestehen. Als besonders stabil wird von ihnen das Pyrrolidindithiocarbaminat bezeichnet. Nach Martens und Githens[5] ist auch die Dibenzylverbindung der Diäthylverbindung hinsichtlich ihrer Stabilität bemerkenswert überlegen.

Um über diese nur qualitativen Bemerkungen hinaus zahlenmäßige Angaben über die Unterschiede in der Beständigkeit derartiger Verbindungen zu erhalten, wurde die Zerfallsgeschwindigkeit der Pyrrolidindithiocarbaminsäure in analoger Weise wie bei der Diäthylverbindung bestimmt. Im Wellenlängenbereich oberhalb 300 mμ unterscheiden sich die Absorptionsspektren beider Verbindungen nur unwesentlich. Die bei der Untersuchung der Zerfallsgeschwindigkeit der Pyrrolidinverbindung erhaltenen Ergebnisse sind den für die Diäthylverbindung beschriebenen völlig analog. Der Zerfall geht bei ausreichender Pufferkapazität der wäßrigen Lösung ebenfalls nach dem Schema einer Reaktion erster Ordnung vor sich. Die Halbwertszeit verringert sich auch hier um eine Zehnerpotenz, wenn der p_H-Wert um eine Einheit erniedrigt wird. Die Zerfallsgeschwindigkeit ist jedoch wesentlich geringer als bei der Diäthylverbindung; so wurde bei p_H = 2,4 eine Halbwertszeit von 69 min, bei p_H = 3,0 von 270 min gefunden. Die p_H-Werte gleicher Zersetzungsgeschwindigkeit beider Verbindungen liegen um 3,7 p_H-Einheiten auseinander. Danach ist ein Arbeiten mit der Pyrrolidinverbindung bis herunter zu etwa p_H = 2,3 noch durchaus möglich, ohne daß die Zersetzlichkeit des Reagens lästig fällt.

Es erscheint durchaus denkbar, daß bei systematischer Untersuchung andere disubstituierte Dithiocarbaminate gefunden werden, die ein Arbeiten in noch stärker sauren Lösungen gestatten. Hierdurch würde sich für die Analyse einer Reihe von Elementen, die nur in sauren Lösungen Dithiocarbaminate bilden, wo DDTC wegen seiner zu großen Zersetzlichkeit für analytische Zwecke unbrauchbar ist, neue Möglichkeiten ergeben.

B. Die Verteilung der Diäthyldithiocarbaminsäure zwischen wäßriger Phase und Tetrachlorkohlenstoff in Abhängigkeit vom p_H-Wert.

Bei der Extraktion von DDTC-Lösungen mit Tetrachlorkohlenstoff wurde beobachtet, daß aus sauren Lösungen merkliche Mengen an DDTC extrahiert werden, aus alkalischen dagegen nicht. Diese Beobachtung ist im Hinblick auf die mögliche Verwendung der UV-Spektren von DDTC-Verbindungen einer Reihe von Elementen für deren quantitative

Bestimmung interessant. Mit Ausnahme von Kupfer-DDTC, dessen Lösung in CCl_4 bei 436 mμ die stärkste Absorption zeigt, nimmt nämlich die Lichtabsorption sämtlicher Metall-DDTC-Verbindungen, soweit sie sich oberhalb von p_H 4 mit CCl_4 extrahieren lassen, zum UV hin stark zu[1]. Nun absorbiert aber das DDTC im Spektralbereich unterhalb von etwa 390 mμ selbst in einem solchen Maße, daß Messungen gegen reines CCl_4 nicht mehr möglich sind, falls bei der Extraktion der Metall-DDTC-Verbindung mit CCl_4 oder einem anderen geeigneten Lösungsmittel merkliche Mengen des Reagenses mit extrahiert werden.

Versuchsdurchführung.

Eine an Natriumacetat und KH_2PO_4 jeweils 1 m wäßrige Lösung wurde durch tropfenweises Zugeben von 2 n Natronlauge bzw. 2 n Essigsäure auf einen p_H-Wert zwischen 5,2 und 7,0 gebracht. 24 ml dieser Lösung und 25 ml CCl_4 wurden in einen Scheidetrichter gegeben, dann 1 ml einer frisch bereiteten DDTC-Lösung, enthaltend 5,0 mg Reagens, zugesetzt und sofort 3 min lang kräftig durchgeschüttelt. Nach Trennen der Phasen wurde sowohl das CCl_4 als auch die wäßrige Phase durch kleine trockene Papierfilter (Sch. & Sch. Nr. 589/1) filtriert, um suspendierte Wasser- bzw. CCl_4-Tröpfchen zu beseitigen und die Absorption jeder der beiden Lösungen unverzüglich gegen reines CCl_4 bzw. reine Pufferlösung bei 350 mμ gemessen.

Ermittlung der extrahierten Mengen.

Wegen der zu geringen Löslichkeit des Natrium-Salzes des DDTC in CCl_4, war die Herstellung einer Eichkurve für DDTC-CCl_4-Lösungen nicht möglich. Da aber das Absorptionsspektrum der durch Extraktion schwach saurer DDTC-Lösungen mit CCl_4 erhaltenen Extrakte im Bereich 400 bis 300 mμ dem in wäßrigen DDTC-Lösungen gemessenen vollkommen entsprach, erschien es berechtigt, für die Auswertung der im CCl_4 gemessenen Absorptionen die Eichkurven für Messungen an wäßrigen Lösungen bei 350 mμ zu benutzen. Die in wäßrigen Lösungen gefundenen Maxima bei 282 mμ und 256 mμ lassen sich wegen der merklich abnehmenden Durchlässigkeit des reinen CCl_4 in diesem Gebiet hier nicht auswerten.

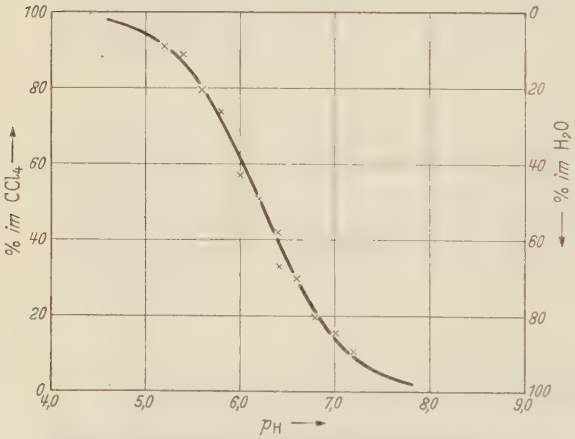


Abb. 3. Verteilung von Diäthyldithiocarbaminsäure zwischen wäßriger Phase und Tetrachlorkohlenstoff.

Die im Augenblick der Messung im CCl_4 bzw. in der Pufferlösung vorhandenen DDTC-Mengen wurden unter Verwendung einer Eichkurve aus den bei 350 mμ gemessenen Absorptionen ermittelt. Bei den unterhalb p_H 6,0 durchgeführten Versuchen mußte der Zerfall des Reagenses während der Versuchsdauer in Rechnung gesetzt werden; daher wurden die so gefundenen Mengen unter Berücksichtigung der vorher ermittelten Zersetzungsgeschwindigkeiten (Abb. 2, S. 417) auf die Ausgangszeit extrapoliert. Als Dauer des Zerfalls wurde bei den CCl_4-Extrakten die Schütteldauer von 3 min, bei den Pufferlösungen die Zeit vom Reagenszusatz bis zur Messung eingesetzt. In den Versuchen bei p_H 6,0 und höher konnte diese Korrektur vernachlässigt werden, da die Zersetzung des Reagenses bis zum Zeitpunkte der Messung nur gering war. Die Mittelwerte aus den so in den CCl_4-Extrakten und in den dazugehörigen extrahierten wäßrigen Phasen bei den verschiedenen p_H-Werten gefundenen DDTC-Mengen sind in Abb. 3 zusammengestellt.

Diskussion der Ergebnisse.

Bei der Verteilung des DDTC zwischen den beiden Phasen sind folgende Gleichgewichte zu berücksichtigen:

(Im folgenden ist die undissoziierte Diäthyldithiocarbaminsäure mit AH, das Diäthyldithiocarbaminsäure-Ion mit A^- bezeichnet, die Indices aq bzw. org kennzeichnen die in den wäßrigen Pufferlösungen bzw. die in den CCl_4-Extrakten gelösten Anteile.)

$$\frac{[AH]}{[A^-]\,[H^+]} = K_1 \qquad \text{(I)},$$

$$\frac{[AH]_{aq}}{[AH]_{org}} = K_2 \qquad \text{(II)},$$

$$\frac{[A^-]_{aq}}{[A^-]_{org}} = K_4 \qquad \text{(III)}.$$

Setzt man

$$[AH] = [AH]_{org} + [AH]_{aq} = [AH]_{org} + K_2 \cdot [AH]_{org}$$

$$[A^-] = [A^-]_{aq} + [A^-]_{org} = [A^-]_{aq} + \frac{1}{K_3} \cdot [A^-]_{aq}$$

und berücksichtigt, daß $K_2 \cdot [AH]_{org}$ und $\frac{1}{K_3} \cdot [A^-]_{aq}$ sicher erheblich kleiner sind als $[AH]_{org}$ bzw. $[A^-]_{aq}$, wenn man die Voraussetzung macht, daß in der organischen Phase überwiegend undissoziierte Diäthyldithiocarbaminsäure, in der wäßrigen Phase hingegen im wesentlichen die Ionen der Säure vorkommen, so kann man in erster Näherung setzen:

$$[AH] \approx [AH]_{org} \text{ und } [A^-] \approx [A^-]_{aq}.$$

Danach ergibt sich aus (I):

$$\frac{[AH]_{org}}{[A^-]_{aq}} \approx K \cdot [H^+] \qquad \text{(IV)}.$$

Diese Gleichung sagt aus, daß unter der oben gemachten Voraussetzung der Quotient aus der in der organischen und der in der wäßrigen

Phase gelösten DDTC-Menge der H-Ionenkonzentration direkt proportional ist. Die Zahlen der Tab. 2 zeigen, daß diese Bedingung in ausreichendem Maße erfüllt wird.

Tabelle 2. *Verteilung der DDTC als Funktion der H-Ionenkonzentration.*

p_H-Wert	% extrahiert gefunden	$\frac{[AH]_{org}}{[A^-]_{aq}}$	$[H] \cdot 10^7$	$K \cdot 10^{-7}$	% extrahiert berechnet
5,2	91,5	10,17	63,1	0,170	91,2
5,4	88,0	7,33	39,8	0,184	86,8
5,6	80,5	4,13	25,2	0,164	80,6
5,8	74,5	2,92	15,9	0,183	72,4
6,0	57,0	1,33	10,0	0,133	62,2
6,2	51,2	1,05	6,31	0,167	50,9
6,4	42,0	0,723	3,98	0,182	39,5
6,4	32,9	0,523	3,98	0,132	39,5
6,6	29,1	0,410	2,52	0,163	29,2
6,8	19,3	0,239	1,59	0,151	20,7
7,0	14,3	0,170	1,00	0,170	14,1
				Mittel: 0,164	

Die in Spalte 6 der Tab. 2 angegebenen Werte wurden unter Verwendung des Wertes $K_{Mittel} = 0{,}164 \cdot 10^{-7}$ mit Hilfe der Gleichung (IV) errechnet.

Folgerungen für die praktische Anwendung von DDTC.

Dies Verhalten des DDTC ist sowohl bei seiner Anwendung zu Trennungen als auch der zu quantitativen Bestimmungen von Interesse. Hat man bei höheren p_H-Werten Elemente unter Verwendung von DDTC durch Extraktion abgetrennt, so werden bei einem anschließenden Ansäuern der extrahierten wäßrigen Lösung diejenigen Elemente als DDTC-Verbindungen ausfallen, die bei höheren p_H-Werten mit DDTC nicht mehr reagieren, was sowohl erwünscht als auch störend sein kann.

Für die quantitative photometrische Bestimmung von Metall-Ionen ist von Bedeutung, daß nur dann Bestimmungen von Elementen als DDTC-Verbindungen in CCl_4 bei Wellenlängen unterhalb von 390 mμ gemacht werden können, wenn die Extraktion bei einem p_H-Wert oberhalb von 8,0 durchgeführt worden ist, da bei niedrigeren p_H-Werten wachsende Mengen DDTC in die organische Phase mit übergehen und ebenfalls bei diesen Wellenlängen adsorbieren. Die mit abnehmendem p_H-Wert zunehmende Unsicherheit läßt sich auch dann nicht beseitigen, wenn man den CCl_4-Extrakt der Analysenlösung gegen den Extrakt einer Blindlösung mißt, die vom gleichen p_H-Wert wie die Probelösung ist und mit derselben Reagensmenge versetzt war. Es sind im wesentlichen 3 Faktoren, die Fehler verursachen können: 1. Durch Bildung der Metall-DDTC-Verbindung wird Reagens verbraucht, wodurch die Blindlösung gegenüber der Probe einen zu hohen Reagensgehalt bekommt. 2. Geringe Unterschiede im p_H-Wert von Probe- und Blindlösung haben einen

nennenswerten Einfluß auf die Menge des extrahierten DDTC. 3. Die Zersetzung des Reagenses kann, vor allem bei p_H-Werten unterhalb von 6 im Zeitpunkte der Extraktion in Probe- und Blindlösung nicht gleich weit fortgeschritten sein.

Zusammenfassung.

Die Zersetzung des DDTC verläuft bei konstanter Wasserstoff-Ionenkonzentration nach dem Schema einer Reaktion erster Ordnung. Die Zersetzungsgeschwindigkeit ist der H-Ionenkonzentration direkt proportional. Bei p_H-Werten oberhalb etwa 6 sind Störungen beim analytischen Arbeiten durch die Zersetzlichkeit des Reagenses nicht mehr zu erwarten.

Die Verteilung des DDTC zwischen wäßriger Phase und CCl_4 ist p_H-abhängig. Der Anteil der extrahierten Reagensmenge nimmt mit steigendem p_H-Wert ab und ist oberhalb etwa p_H 8,5 vernachlässigbar klein. Das Verteilungsverhältnis DDTC im CCl_4: DDTC in der wäßrigen Phase ist der H-Ionenkonzentration direkt proportional.

Ich danke Herrn Prof. Dr. W. Geilmann für Anregungen und sein dauerndes förderndes Interesse, Herrn Prof. Dr. F. Strassmann für die Bereitstellung von Geräten und Institutsmitteln.

Literatur.

[1] Bode, H.: Diese Z., erscheint demnächst. — [2] Černichov, Ju. A., u. B. M. Dobkina: Zawodskaja Laborat. (Betriebslab.) **15**, 1143 (1949); siehe auch diese Z. **132**, 282 (1951). — [3] Coulson, E. J.: J. Assoc. off. agric. Chemists **20**, 178 (1937). — [4] Gleu, K., u. R. Schwab: Angew. Chem. **62**, 320 (1950); vgl. diese Z. **134**, 37 (1951/52). — [5] Martens, R. J., u. R. E. Githens: Analyt. Chemistry **24**, 991 (1952); vgl. diese Z. **139**, 62 (1953). — [6] Martin, A. E.: Analyt. Chemistry **25**, 1260 (1953). — [7] Martin, A. E.: Analyt. Chemistry **25**, 1853 (1953). — [8] Sandell, E. B.: Colorimetric Determination of Traces of Metals, S. 224. Interscience Publ. Inc., New York 1944. — [9] Ventura, S., u. J. C. White: Analyst (London) **79**, 39 (1954).

Dr. Helmut Bode, Hannover, Wunstorfer Straße 76.

Aus dem Institut für anorganische und analytische Chemie
der Universität Szeged (Ungarn).

Cerimetrische Bestimmung von Wasserstoffperoxyd, Peroxyschwefelsäure (Caroscher Säure) und Peroxydischwefelsäure nebeneinander.

Vorläufige Mitteilung.

Von
L. J. Csányi und **F. Solymosi.**

(Eingegangen am 22. April 1954.)

Es ist bekannt, daß die Bestimmung von Wasserstoffperoxyd mittels einer oxydierenden Meßlösung, z. B. Kaliumpermanganat in Anwesenheit von Peroxyschwefelsäure und Peroxydischwefelsäure keine genauen

Ergebnisse liefert. Der durch die Anwesenheit von Peroxysäuren bedingte Induktionsfehler kann zwar durch Verdünnung der zu bestimmenden Lösung und Hinzufügung einer großen Menge von Mangansulfat vermindert aber nicht vollständig ausgeschaltet werden. Um den Induktionsfehler auszuschalten, muß nach den bisher vorgeschlagenen Verfahren[1] ein indirekter Weg eingeschlagen werden. Dies kompliziert die Bestimmung der drei Substanzen, gestaltet sie langwierig und ist meistens noch mit der Unbequemlichkeit verbunden, daß mehrere Meßlösungen und Reagenzien benötigt werden.

Für unsere kinetischen Untersuchungen benötigten wir ein einfach und rasch durchführbares analytisches Verfahren, das auch genaue Ergebnisse liefern sollte. Bei der Ausarbeitung unseres Verfahrens wurden folgende Standpunkte in Betracht gezogen. Der bei der Wasserstoffperoxydtitration vorkommende Induktionsfehler kann teilweise dadurch behoben werden, daß die die Störung verursachende Peroxyschwefelsäure mit Hilfe eines selektiven Reduktionsmittels, nämlich mit arseniger Säure, vor der Durchführung der Wasserstoffperoxydmessung entfernt wird. Dadurch wird eine der Fehlerquellen der Induktionsreaktion behoben, aber die Anwesenheit der Peroxydischwefelsäure könnte auch fernerhin noch Schwierigkeiten bereiten. Unsere Versuche zeigten jedoch, daß in Gegenwart von arsenigen Säure die den Induktionsfehler verursachende Reaktion praktisch ausgeschaltet wird.

Mit Hilfe der arsenigen Säure können also die Hindernisse der genauen Bestimmung des Wasserstoffperoxyds bequem aus dem Wege geschafft werden.

Die praktische Ausführung der Bestimmungen ist durch die folgenden Verhältnisse der Reaktionsgeschwindigkeiten ermöglicht:

1. Die Peroxyschwefelsäure ist nach unseren Erfahrungen in Gegenwart von Wasserstoffperoxyd und Peroxydischwefelsäure mittelst arseniger Säure in 1—2 n Schwefelsäure sehr rasch und selektiv reduzierbar.

2. Während der Titration des Wasserstoffperoxyds wird die Geschwindigkeit der durch Peroxydischwefelsäure induzierten Reaktion in Anwesenheit von arseniger Säure bis zum Minimum herabgesetzt.

3. Das Wasserstoffperoxyd und die arsenige Säure reagieren in 1—2 n schwefelsaurem Medium ziemlich langsam, deshalb kann kein bedeutender Fehler während der Titration innerhalb 5 min auftreten.

4. In der Kälte findet zwischen der arsenigen Säure und der Peroxydischwefelsäure keine Reaktion statt, bei höherer Temperatur (90—100°C) dagegen läuft in 3—4 n schwefelsaurer Lösung die Reduktion in 6—8 min vollständig ab.

5. Das Wasserstoffperoxyd kann neben arseniger Säure mittelst Cer(IV)-sulfatlösung genau titriert werden*. Es ist bekannt, daß die Ce^{4+}-Ionen mit arseniger Säure in der Kälte und in einem schwefelsauren Milieu nur in Gegenwart von Katalysatoren, vor allem von Osmiumsäure, reagieren.

Es soll noch bemerkt werden, daß:

a) die cerimetrische Messung der arsenigen Säure sogar auch bei Anwendung von Osmiumsäure als Katalysator durch Peroxydischwefelsäure nicht gestört wird.

b) das Wasserstoffperoxyd in Gegenwart von Osmiumsäure als Katalysator mit arseniger Säure augenblicklich reduzierbar ist.

Bei entsprechender Einsetzung der obengenannten Vorgänge kann man für die Nebeneinanderbestimmung von Wasserstoffperoxyd, Peroxyschwefelsäure und Peroxydischwefelsäure folgende Arbeitsvorschrift angeben:

Man vermengt 60—70 ml der zu bestimmenden 1—2 n schwefelsauren Lösung mit der gemessenen Menge von 0,1 n arseniger Säure und titriert das Wasserstoffperoxyd mit Hilfe von Ferroin als Indicator durch 0,1 n Cer(IV)-sulfatlösung. Zu der titrierten Lösung wird dann 1 Tropfen 0,01 m Osmiumsäurelösung als Katalysator hinzugefügt und der Überschuß der arsenigen Säure mit Cer(IV)-sulfatlösung zurückgemessen. Die Menge der Peroxyschwefelsäure wird aus dem Ergebnis dieser zweiten Messung berechnet. Für die Bestimmung der noch in der Lösung befindlichen Peroxydischwefelsäure wird der Lösung so viel konzentrierte Schwefelsäure hinzugefügt, daß die Konzentration davon etwa 18—20% beträgt. Dann wird mit einem neu gemessenen Teil von arseniger Säure vermengt und bis zum Sieden erwärmt. Die Reaktion ist in 6—8 min vollendet. Die heiße Lösung wird bis auf 30—40° C abgekühlt und der Überschuß des Arsenits zurückgemessen. Das Titrationsergebnis dient zur Berechnung der Menge der Peroxydischwefelsäure. Bei der Reduktion der Peroxydischwefelsäure muß man darauf achten, daß keine Luftoxydation des Arsenits eintritt. Dies kann durch Zugabe von Marmorstückchen oder Kaliumhydrogencarbonat, sowie durch Gebrauch von enghalsigem Erlenmeyer-Kolben erzielt werden.

Es muß aber bemerkt werden, daß das Ausschalten der Induktionsreaktionen nach dieser Vorschrift nur dann in genügendem Maße erreicht werden kann, wenn Wasserstoffperoxyd und Peroxydischwefelsäure nicht in äquivalenten Mengen anwesend sind, d. h. wenn die Perschwefelsäure in der zu bestimmenden Lösung in Vergleich zu Wasserstoffperoxyd entweder in überwiegend großer oder in verhältnismäßig kleiner Menge zugegen ist. Wenn die genannten Substanzen in der Lösung in ungefähr äquivalenten Mengen vorhanden sind, muß das Verfahren folgendermaßen abgeändert werden:

* In diesem Zusammenhang soll erwähnt werden, daß das Arsenit bei der cerimetrischen Titration von Wasserstoffperoxyd die Schärfe des Endpunktes günstig beeinflußt.

Nach der Zugabe der arsenigen Säure wird das Wasserstoffperoxyd mit 0,1 n Cer(IV)-sulfatlösung titriert. Jetzt mißt man eine neue Probe der zu bestimmenden Lösung ab und fügt nach Ansäuern mit Schwefelsäure einen Überschuß von arseniger Säure, ferner einige Tropfen Osmiumsäure als Katalysator hinzu. In Anwesenheit des Katalysators reagieren sowohl die Peroxyschwefelsäure als auch das Wasserstoffperoxyd augenblicklich quantitativ. Durch die Zurückmessung des Arsenitüberschusses ist die Summe Wasserstoffperoxyd und der Peroxyschwefelsäure genau zu ermitteln. Hierauf wird die in der Lösung zurückgebliebene Peroxydischwefelsäure auf die oben beschriebene Weise bestimmt.

Die Ergebnisse einiger Beleganalysen sind in der Tab. 1 zusammengestellt:

Tabelle 1.

Einwaage			Gefunden			Differenz		
H_2O_2 mg	H_2SO_5 mg	$H_2S_2O_8$ mg	H_2O_2 mg	H_2SO_5 mg	$H_2S_2O_8$ mg	H_2O_2 %	H_2SO_5 %	$H_2S_2O_8$ %
14,01	48,54	136,20	13,98	48,64	136,22	−0,2	+0,2	0,0
25,53	22,74	73,30	25,50	22,76	73,38	−0,1	+0,1	+0,1
26,96	24,27	69,15	26,97	24,27	69,14	0,0	0,0	0,0
23,60	24,27	136,20	23,53	24,34	136,22	−0,3	+0,3	0,0
23,60	24,27	14,02	23,57	24,30	14,05	−0,1	+0,1	+0,2
8,42	24,27	14,02	8,40	24,29	14,04	−0,2	+0,1	+0,1
8,42	4,54	14,04	8,41	4,57	14,03	−0,1	+0,1	−0,1
3,56	71,80	28,04	3,553	71,95	28,07	−0,2	+0,2	+0,1
3,577	48,51	136,20	3,579	48,49	136,01	+0,1	−0,1	−0,1
2,751	5,701	14,04	2,759	5,713	14,01	−0,3	+0,2	−0,2

Wie ersichtlich eignet sich die Methode auch für Messungen bei kleineren Konzentrationen. Als Grenzen des zu bestimmenden Gesamtoxydierungswertes können 3—45 mg O_2 angegeben werden. Man erreicht eine Genauigkeit von 0,15—0,25%. Die Messungen sind auch potentiometrisch nach dem gewöhnlichen Verfahren, dem Dead-stop- oder dem Differentialtitrationsverfahren durchführbar. Nach diesen Arbeitsweisen kann sogar eine Genauigkeit von 0,10% erreicht werden.

Das beschriebene Verfahren scheint sich auch zur Untersuchung anderer Perverbindungen zu eignen. Bezüglich der Bestimmung anorganischer sowie organischer Peroxysäuren und Hydroperoxyde (Peroxybor- und Peroxyphosphorsäure, Peressigsäure, usw.) neben Wasserstoffperoxyd sind zur Zeit Versuche im Gange.

Wir möchten Herrn Prof. Dr. Z. G. Szabó für seine wertvollen Ratschläge und stetiges Interesse unseren herzlichsten Dank aussprechen.

Literatur.

[1] Fresenius, W., u. G. Jander: Handbuch der analytischen Chemie, Bd. VIa. (Elemente der Sechsten Hauptgruppe. I.). S. 293—308. Berlin-Göttingen-Heidelberg: Springer 1953. — Vgl. besonders auch K. Gleu: Z. anorg. allg. Chem. **195**, 61 (1931); vgl. diese Z. **84**, 410 (1931).

Dr. L. J. Csányi, Szeged, Beloiannisz tér 7 (Ungarn).

Aus der Versuchsanstalt der Fürstlich Hohenzollernschen Hüttenverwaltung
Laucherthal, Hohenzollern.

Zur photometrischen Bestimmung des Kupfers mit Bromwasserstoffsäure.

II. Mitteilung.

Von
WALTER NIELSCH* und GERHARD BÖLTZ.

(Eingegangen am 27. April 1954.)

Einleitung.

Wir haben kürzlich in dieser Zeitschrift gezeigt[2], unter welchen Bedingungen Kupfer mit Bromwasserstoffsäure mit sehr genau arbeitenden Filterphotometern (ELKO II) photometrisch bestimmt werden kann. Bei der Ausführung von photometrischen Analysen ist man in der Praxis meist so vorgegangen, daß man die Extinktionsmessung mit geeigneten Filtern im Extinktionsmaximum vornimmt. Der Konzentrationsbereich an dem zu bestimmenden Element wird dann meist mit Hilfe verschiedener Schichtdicken der zu messenden Lösung in geeigneten Küvetten überbrückt. Will man die Meßgenauigkeit eines modernen Photometers voll ausnutzen, so wird man zweckmäßig keine Schichtdicken unter 1 cm zur Anwendung bringen. Da beim Gerät ELKO II die höchste Schichtdicke 5 cm beträgt, kann man durch Wechseln der Schichtdicken den photometrischen Meßbereich mit dem Faktor $^1/_5$ herabsetzen. Da die Variation mit verschiedenen Schichtdicken nicht ausreichend ist, um einen größeren Konzentrationsbereich, z. B. für Kupfer, in den verschiedenen Metallegierungen nach einem einheitlichen Verfahren bestimmen zu können, hilft man sich meistens, indem man geeignete Teilmengen derart von der Analysenlösung abnimmt, daß immer solche Kupfermengen vorliegen, um mit einer Eichkurve und einem Küvettenpaar auszukommen. Soweit der ungefähre Kupfergehalt der Analysenprobe bekannt ist, ist ein derartiges Verfahren auch nicht mit besonderen Umständen verbunden. Bei Vorliegen unbekannter Proben läßt es sich aber nicht vermeiden, Teile des Analysenganges zu wiederholen, um in den passenden Konzentrationsbereich bei der photometrischen Messung zu kommen. Da die Kupferbestimmung große praktische Bedeutung hat, haben wir versucht, den photometrischen Meßbereich, ohne Änderungen im chemischen Ablauf, durch Messung mit verschiedenen Filtern zu erweitern. Da dies für die Kupferbestimmung mit Bromwasserstoffsäure gelungen ist, sollen nachfolgend die hierzu notwendigen Grundlagen kurz beschrieben werden.

* Z. Z. bei Fa: I. D. RIEDEL-DE HAËN, Seelze/Hann.

Auswahl der Filter.

Bereits in unserer früheren Arbeit[2] haben wir die Durchlässigkeitskurve des Kupferbromidkomplexes in Bromwasserstoffsäure aufgenommen. Auf Grund dieser Messungen haben wir verschiedene S- und I-Filter des Gerätes ELKO II zur Messung verschiedener Kupferbromidlösungen in Bromwasserstoffsäure benutzt.

Hierbei wurde so verfahren, daß jeweils für ein entsprechendes Filter dieselbe Kupferbromidlösung in Bromwasserstoffsäure in Küvetten wechselnder Schichtdicke zur Messung kam. Durch Umrechnen auf den Extinktionskoeffizienten wurden dann die Meßwerte vergleichbar gemacht. Aus diesen Messungen konnte dann entschieden werden, ob die zur Verfügung stehenden Filter für diese Bestimmung einen genügend engen Durchlaßbereich haben, um zu geradlinigen Eichkurven zu kommen.

Tabelle 1. *Ergebnisse der Messungen des Kupferbromidkomplexes in Bromwasserstoffsäure mit verschiedenen Filtern und verschiedenen Küvetten mit gleicher Kupferkonzentration für das jeweils gewählte Filter.*

Meßbedingung und Kupferkonzentration	Schichtdicke der Küvette cm	Durchlässigkeit in % abgelesen	Extinktion	Extinktionsmodul	Extinktionskoeffizient
Filter S 42 E . . .	1,000	70,73	0,1504	0,1504	0,0188
Glühlampe	2,000	50,30	0,2984	0,1492	0,0186
8,000 μg Cu/ml. . .	5,000	18,37	0,7359	0,1472	0,0184
Filter S 47 E . . .	1,000	78,27	0,1064	0,1064	0,0133
Glühlampe	2,000	61,27	0,2128	0,1064	0,0133
8,000 μg Cu/ml. . .	5,000	29,33	0,5327	0,1065	0,0133
Filter S 53 E . . .	1,000	77,18	0,1125	0,1125	0,0281
Glühlampe	2,000	59,56	0,2251	0,1125	0,0281
4,000 μg Cu/ml. . .	5,000	27,42	0,5618	0,1124	0,0281
Filter S 59 E . . .	1,000	75,58	0,1216	0,1216	0,0152
Glühlampe	2,000	57,22	0,2425	0,1213	0,0151
8,000 μg Cu/ml. . .	5,000	25,12	0,6000	0,1200	0,0150
Filter I 62.	1,000	72,33	0,1207	0,1407	0,01004
Glühlampe	2,000	52,41	0,2806	0,1403	0,01002
14,000 μg Cu/ml . .	5,000	19,95	0,7001	0,1400	0,01000
Filter I 66.	1,000	73,79	0,1320	0,1320	0,00330
Glühlampe	2,000	54,55	0,2632	0,1316	0,00329
40,000 μg Cu/ml . .	5,000	22,08	0,6560	0,1312	0,00328

Versuchsdurchführung.

100,0 mg Kupfer wurden in 25 ml 56%iger Bromwasserstoffsäure unter Zugabe von 2 ml Brom-Bromwasserstoffsäuregemisch (10 ml Brom mit 56%iger Bromwasserstoffsäure auf 100 ml aufgefüllt) gelöst. Das Brom wurde vorsichtig verkocht und die Lösung mit 56%iger Bromwasserstoffsäure auf 100 ml aufgefüllt.

Die Kupferkonzentration dieser Lösung beträgt somit 1,000 mg Kupfer/ml Lösung. Von dieser Kupferstammlösung wurden jeweils entsprechende Mengen mit Hilfe einer geeichten Mikrobürette abgemessen. Zum Auffüllen dieser Lösungen wurde eine frisch destillierte farblose Bromwasserstoffsäure, die 56% Säure aufwies, benutzt. Das Ergebnis der Messungen mit dem Gerät ELKO II ist in Tab. 1 zusammengefaßt wiedergegeben.

Wie man aus den vorstehenden Werten des Extinktionskoeffizienten ersehen kann, ist für praktische Fälle die Verwendung der verschiedenen Filter möglich, da die Abweichungen für viele Anwendungen vernachlässigbar sind. Will man die Genauigkeit des Photometers ausnutzen, so fertigt man sich zweckmäßig die entsprechenden Eichkurven an. Wie man aus den Messungen, z. B. mit dem Filter S 53 E und I 66 feststellen kann, läßt sich durch Filterwechsel ohne weiteres ein Kupferkonzentrationsbereich von 4—40 μg Cu/ml überbrücken. Um die Zulässigkeit dieses Schlusses aus den vorstehenden Versuchen zu überprüfen, wurden in der gleichen Arbeitsweise Eichkurven aufgestellt.

Aufstellung der Eichkurven.

Die Versuche und Messungen zur Aufstellung der Eichkurven sind in der Tab. 2 zusammengefaßt wiedergegeben.

Tabelle 2. *Aufstellung der Eichkurven für den Kupferbromidkomplex in Bromwasserstoffsäure mit verschiedenen Filtern in 2,000 cm-Küvetten.*

Meßbedingung	Konzentration μg Cu/ml	Durchlässigkeit in % abgelesen	Extinktion	Extinktionsmodul	Extinktionskoeffizient
Filter S 42 E . . .	2,000	84,29	0,0742	0,0371	0,0185
Glühlampe	6,000	59,90	0,2226	0,1113	0,0186
	8,000	50,30	0,2984	0,1492	0,0186
	10,000	42,37	0,3729	0,1865	0,0187
	14,000	29,91	0,5242	0,2621	0,0187
	18,000	21,00	0,6778	0,3389	0,0188
Filter S 47 E . . .	2,000	88,84	0,0514	0,0257	0,0129
Glühlampe	8,000	61,27	0,2128	0,1064	0,0133
	14,000	42,51	0,3715	0,1857	0,0133
	18,000	33,19	0,4790	0,2395	0,0133
	20,000	29,35	0,5324	0,2662	0,0133
Filter S 53 E . . .	2,000	77,20	0,1124	0,0562	0,0281
Glühlampe	6,000	45,99	0,3373	0,1686	0,0281
	8,000	35,48	0,4500	0,2250	0,0281
	10,000	27,37	0,5627	0,2814	0,0281
Filter S 59 E . . .	6,000	66,21	0,1791	0,0896	0,0149
Glühlampe	8,000	57,22	0,2425	0,1213	0,0151
	14,000	36,83	0,4338	0,2169	0,0155
	18,000	27,51	0,5605	0,2803	0,0155
	20,000	23,77	0,6240	0,3120	0,0156

Wie man aus den vorstehenden Meßwerten ersehen kann, ist es ohne weiteres möglich, die Auswertung mit Hilfe des Extinktionskoeffizienten vorzunehmen. Diese Tatsache ist für die praktische Ausführung der Kupferbestimmung mit Bromwasserstoffsäure von großer Bedeutung. Es lassen sich so Arbeitsvorschriften aufstellen, die es gestatten, nach einem Analysenschema lediglich durch Küvetten verschiedener Schichtdicke und durch die Anwendung eines entsprechenden Filters einen weiten Konzentrationsbereich meßbar zu machen. Es wird angenommen, daß dieses Verfahren auch bei anderen photometrischen Bestimmungsmethoden zur Anwendung kommen kann. Es sei aber darauf hingewiesen, daß die meisten photometrischen Arbeitsvorschriften noch chemische Verfahrensfehler enthalten, so daß die Meßgenauigkeit z. B. des Gerätes ELKO II zunächst nicht voll ausgenutzt werden kann.

Störung der photometrischen Kupferbestimmung mit Bromwasserstoffsäure durch Eisen.

Wie wir schon gezeigt haben[3], bildet Eisen mit Bromwasserstoffsäure auch einen stark gefärbten Komplex. Wie Durchlässigkeitsmessungen an derartigen Lösungen gezeigt haben, besitzt der Eisenbromid-Bromwasserstoffkomplex in weiten Spektralbereichen eine Eigenabsorption. Da man in Legierungen, selbst wenn Eisen als Legierungspartner nicht anwesend ist, trotzdem mit ihm als Verunreinigung rechnen muß, haben wir kurz orientierend untersucht, ob sich nicht durch eine geeignete Filterwahl die Eisenstörung bei der Kupferbestimmung ausschalten läßt. Hierzu wurden entsprechende Eisenmengen, wie bei der Kupferbestimmung in Lösung gebracht, und mit 56%iger Bromwasserstoffsäure aufgefüllt. Das Ergebnis dieser Messungen ist in der Tab. 3 wiedergegeben.

Tabelle 3. *Extinktionsmessungen an Eisenbromid-Bromwasserstofflösungen mit verschiedenen Filtern.*

Meßbedingung		Filter S 42 E	S 53 E	S 59 E	I 62	I 66
2,0 µg/ml Fe 2,000 cm-Küvette Glühlampe	Durchlässigkeit	42,76	79,50	97,21	98,75	99,49
	Extinktion	0,3680	0,0996	0,0123	0,0055	0,0022
4,0 µg/ml Fe 2,000 cm- Küvette Glühlampe	Durchlässigkeit	18,33	63,32	94,85	97,85	99,35
	Extinktion	0,7368	0,1984	0,0230	0,0094	0,0028
6,0 µg/ml Fe 2,000 cm-Küvette Glühlampe	Durchlässigkeit	—	50,35	92,31	96,62	98,82
	Extinktion	—	0,2980	0,0348	0,0149	0,0052
10,0 µg/ml Fe 2,000 cm-Küvette Extinktion	Durchlässigkeit	—	32,50	87,61	94,50	98,12
	Extinktion	—	0,4881	0,0574	0,0246	0,0082

Die vorstehenden Meßwerte zeigen, daß man bei exakten Analysen das gegebenenfalls vorhandene Eisen auch in kleinen Mengen nicht vernachlässigen darf.

In den ASTM-Methoden[1] findet sich die Angabe, daß Eisen bei der Kupferbestimmung mit Bromwasserstoffsäure durch Phosphorsäure getarnt werden kann. Wir haben diese Angabe näher überprüft. Wir haben schon früher gezeigt[2], daß eine gewisse Menge Phosphorsäure anwesend sein darf, ohne daß die Extinktion des Kupferkomplexes beeinflußt wird. Unsere Versuche haben aber erwiesen, daß eine Phosphorsäuremenge, die noch keinen Einfluß auf die Extinktion des Kupferkomplexes ausübt, für die Tarnung des Eisens allgemein nicht ausreichend ist. Das Ergebnis dieser Tarnungsversuche ist in der Tab. 4 zusammengefaßt.

Tabelle 4. *Versuche zur Tarnung des Eisens in 56%iger Bromwasserstofflösung durch Zusatz von konz. Phosphorsäure.*

Meßbedingung	Eisenkonzentration µg Fe/ml	ml *	Filter S 53 E	S 59 E	I 66
2,000 cm-Küvette Glühlampe	20,0	20	67,90 0,1681	95,10 0,0218	100,00 0,0000
	20,0	40	100,00 0,0000	100,00 0,0000	100,00 0,0000
	50,0	40	96,80 0,0141	98,55 0,0063	100,00 0,0000
	100,0	40	94,65 0,0239	97,85 0,0094	98,77 0,0054
	Kupferkonzentration µg Cu/ml				
2,000 cm-Küvette Glühlampe	8,0	0	35,48 0,4500	57,22 0,2425	— —
	8,0	40	37,48 0,4262	58,09 0,2359	
	20,0	0	—	—	73,99 0,1308
	20,0	40			77,51 0,1106

* Zusatz an konz. Phosphorsäure in ml, anschließend mit 56%iger Bromwasserstoffsäure auf 50 ml aufgefüllt.

Aus den Werten der Tab. 4 ist ersichtlich, daß es in manchen Fällen möglich ist, eine Kupferbestimmung bei Anwesenheit von Eisen durchzuführen. Allerdings muß hierbei die Phosphorsäure genau dosiert werden, da die Extinktion des Kupferbromidkomplexes bei den hierzu notwendigen Mengen schon herabgedrückt wird. Weitere Versuche, durch andere

Tarnungsmittel das Eisen unschädlich zu machen, führten nicht zum Erfolg. Lediglich Flußsäure zeigte die gewünschte Tarnungswirkung. Die praktische Verwendung verbietet jedoch der starke Angriff dieser Säure auf die Glasgeräte. Soweit es möglich ist, geeignete Kunststoffküvetten und Meßkolben herzustellen, dürfte der praktischen Verwendung nichts mehr im Wege stehen.

Nach unseren bisherigen Erfahrungen, ist es erforderlich das Kupfer aus der Analysenlösung abzutrennen. Hierzu können sowohl spezifische organische Reagenzien, oder Metallpulver zur Zementierung des Kupfers benutzt werden. Unter Einsatz dieser Hilfsmittel ist es möglich, sehr zuverlässige und genaue Kupferbestimmungen durchzuführen. Wie man am besten bei verschiedenen Legierungen bei der technischen Betriebsanalyse verfährt, werden wir in Kürze bekannt geben[4].

Zusammenfassung.

Es wird gezeigt, daß der Kupferbromid-Bromwasserstoffsäurekomplex geeignet ist, unter Benutzung von Filtern, deren Durchlässigkeitsbreite so eng ist, daß noch lineare Beziehungen zwischen Konzentration und Schichtdicke bestehen, auch außerhalb des Extinktionsmaximums und Extinktionsminimums zur Messung herangezogen werden können. Diese Tatsache gestattet, einen weiten Konzentrationsbereich bei der praktischen Ausführung der Analyse zu überbrücken. Es wird dann weiter gezeigt, daß Eisen die photometrische Bestimmung stört. Für zuverlässige Analysen ist es erforderlich, das Kupfer in geeigneter Weise spezifisch abzutrennen.

Die Verfasser danken der Fürstlich Hohenzollernschen Hüttenverwaltung Laucherthal für die Genehmigung, die vorstehenden Ergebnisse bekannt geben zu dürfen.

Literatur.

[1] A. S. T. M. Methods for chemical analysis of Metals 1950. — [2] Nielsch, W., u. G. Böltz: Diese Z. **142**, 94 (1954). — [3] Nielsch, W., u. G. Böltz: Diese Z. **142**, 102 (1954). — [4] Nielsch, W., u. G. Böltz, Aluminium 1954.

Dr. Walter Nielsch, Seelze/Hann., Hannoversche Str. 33.

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie.

I. Allgemeine analytische Methoden, analytische Operationen, Apparate und Reagenzien.

Literatur. J. Fouchier und F. Billet: Fachwörterbuch für Chemie, dreisprachig: Englisch, französisch, deutsch. Mit einem Geleitwort von P. Jolibois. 449 Seiten und Tabellen. Verlag: Wervereis G.m.b.H., Baden-Baden. Preis: DM 45.—.

In einer Zeit, da der größte Teil der chemischen Literatur in den Sprachen Englisch, Französisch und Deutsch erscheint, ist ein Werk, das die Übersetzung dieser Sprachen ineinander ermöglicht, zu begrüßen. Wertvoll ist an dem vorliegenden Buch, daß es der neuesten Entwicklung Rechnung trägt, in schwierigen Fällen die chemische Formel neben den Namen der Verbindung stellt und sich bemüht, die Begriffe in allen drei Sprachen kurz wiederzugeben. In der Kürze liegt aber die Gefahr, daß der Wissenschaftler, der alle drei Sprachen teilweise beherrscht und nur nach dem spezifischen Ausdruck für den Sonderfall sucht, enttäuscht wird. Vielleicht wäre in einer späteren Auflage eine etwas ausführlichere Berücksichtigung mehrdeutiger Ausdrücke möglich. Begrüßenswert sind die Tabellen am Schluß des Werkes, die die Umrechnung der Fahrenheit- in Celsiusgrade, verschiedener Langen-, Flächen- und Raummaße ineinander zum Gegenstand haben. Ebenso wird der Benützer für die Atom- und Molekulargewichtstabellen mit den Bezeichnungen in den drei Sprachen dankbar sein. H. Kurtenacker.

Polarographie. *Als neue Form der Quecksilbertropfelektrode* schlägt I. Smoleř[1] vor, das bisher lotrecht nach unten gerichtete Ende der Capillare im rechten Winkel in die Waagerechte umzubiegen. In schmalen Gefäßen bewährt es sich, das Rohr in der Form ⊾ zu biegen. Dadurch wird die Tropfengröße besser gleichgehalten, die Tropfenfolge beschleunigt und störende Einflüsse haben weniger Bedeutung. An einigen Beispielen wird die Brauchbarkeit der neuen Elektrode gezeigt.

H. Kurtenacker.

F. Burriel-Martí und J. F. Sáiz-del Rio[2] führen die *polarographische Bestimmung von Kupfer, Cadmium, Nickel und Zink* in Bleisorten nach dem Verfahren von H. Hohn[3] mit Hilfe des Polarographen der Cambridge Instrument Co. Ltd., London, durch. Es gelang, Cu, Cd, Ni und Zn in verschiedenen Bleisorten zu bestimmen. So fanden Verf. in einer solchen von Penarroya 0,00079% Cu, 0,0007% Cd und 0,00024% Zn. Ein Akkumulatoren-Blei enthielt: 0,0016% Cd, 0,00017% Zn und Cu weniger als 0,0001%. Ein Überschuß an Blei wird als Peroxyd entfernt. Bei der Bestimmung stören die Elemente Ag, Fe, Bi, Sb und Sn nicht. Die Analyse einer Farbe wird genau beschrieben. E. Baertich.

Das polarographische Verhalten einiger Metallkomplexe mit Tiron (Brenzcatechin-3,5-disulfonsäure) studieren E. Svátek, Z. Roubal und R. Přibil[4] in Fortführung früherer Versuche auf dem Gebiete der Komplexbildner[5]. Tiron kann als Maskierungsmittel für dreiwertiges Eisen dienen, wenn andere Metalle in Gegenwart von Eisen bestimmt werden sollen. So gelingt die Bestimmung von Kupfer und Blei neben Eisen in einer Lösung von 0,2 n NH_4OH, 0,2 n NH_4Cl und 0,05 m Tiron. [Halbstufenpotential von Cu^{2+} — 0,45 V, von Pb^{2+} — 0,70 bis —0,81 V (gegen die gesätt. Kalomelelektrode)]. In 0,25 n NaOH-Lösung wird auch Kupfer durch Tiron maskiert, was z. B. die Bestimmung von Wismut ($\pi\frac{1}{2}$ = —1,17 V) neben einem Cu-Überschuß, oder von Blei ($\pi\frac{1}{2}$ = —1,03 V) neben Kupfer und Eisen erlaubt. Weitere Möglichkeiten sind im Original in einer Tabelle angedeutet.

H. Kurtenacker.

---

[1] Chem. Listy **47**, 1667—1669 (1953) [Tschechisch]. Akad. Wissensch., Prag.

[2] An. Real. Soc. españ. Física Quím., Ser. B **47**, 803—810 (1951). Fac. de Ciencias, Madrid.

[3] Hohn, H.: Z. Elektrochem. **43**, 127 (1936); vgl. diese Z. **115**, 162 (1938/39).

[4] Chem. Listy **47**, 1472—1475 (1953) [Tschechisch]. Univ. Prag.

[5] Přibil, R., Z. Roubal und E. Svátek: Chem. Listy **46**, 396 (1952); vgl. diese Z. **140**, 362 (1953).

Nach K. Matsumoto und M. Shibayama[1] können *schwefelhaltige Mineralwässer* in folgender Weise *polarographisch auf den S-Gehalt* analysiert werden: Zur Bestimmung von Sulfat wird Eisen mit Alkali gefällt, und nach Ansäuern des Filtrats auf p_H 3–5 wird das Sulfat mit Bleinitrat niedergeschlagen. Mit 3 n Ammoniumacetatlösung wird gelöst und das Blei wie üblich polarographiert. Liegt elementarer Schwefel, Schwefelwasserstoff oder Thiosulfat vor, so wird eine Oxydation mit Brom vorgeschaltet. Schwefelwasserstoff kann auch in saurer Lösung mit Cadmiumacetat gefällt werden. Zur Polarographie auf Cadmium wird das Sulfid mit 3 n Salzsäure gelöst. Eine Thiosulfatbestimmung kann auch über CuS (1%ige schwefelsaure Kupfersulfatlösung) erfolgen, wenn es mit Salpetersäure durch Abdampfen in Nitrat überführt und das Kupfer polarographiert wird. K. Cruse.

Das polarographische Verhalten der Polythionate (Tri-, Tetra- und Pentathionat) wurde von I. Žežula[2] untersucht. Als Ergebnis wird festgestellt, daß man die polarographische Methode zum qualitativen Nachweis und zur quantitativen Bestimmung der Polythionate einzeln und im begrenzten Umfang auch in Gemischen anwenden kann. Für die Einzelbestimmung der Polythionate werden folgende indifferenten Elektrolyte vorgeschlagen: Für Trithionat neutrale 0,1 m-Lösungen von Kaliumsulfat, Kaliumhalogeniden oder den entsprechenden Ammoniumsalzen, für Tetrathionat 0,05 m $CaCl_2$-Lösung, für Pentathionat beliebige Pufferlösungen von p_H 1—6. Die Bestimmung von Tri- neben Tetrathionat kann in 0,05 m-Lösungen von $BaCl_2$, $SrCl_2$ oder $CaCl_2$ erfolgen, die Bestimmung von Tri- neben Pentathionat in Pufferlösungen von p_H 5—6, die 0,5 m KCl bzw. noch CsCl enthalten, die Bestimmung von Tetra- neben Pentathionat in Pufferlösungen oder Säure von p_H 1—3, die 0,1 m KJ enthalten. Sauerstoff wird vor den Bestimmungen mit Stickstoff oder Wasserstoff entfernt. Man benutzt zweckmäßig ein Elektrolysegefäß mit abgetrennter Anode.

R. Přibil und A. Blažek[3] beschreiben ein *polarographisches Bestimmungsverfahren von Uran*, bei welchem von der Tatsache Gebrauch gemacht wird, daß das Halbwellenpotential des 6wertigen Urans in 10%iger Ammoniumcarbonatlösung bei Zugabe von Äthylendiamintetraacetat praktisch unverändert bleibt. Viele andere Metalle bilden aber unter diesen Umständen sehr beständige Komplexe, so daß sie polarographisch entweder gar nicht in Erscheinung treten oder bei wesentlich negativerem Potential reduziert werden als Uran. Die Bestimmung des Urans ist auf diese Art möglich neben Ni, Co, Mn, Zn, Al, Cr, Be, kleinen Mengen Ti (das gefällt wird), und anderen Elementen. Störend wirken nur Blei und verhältnismäßig große Mengen Kupfer. — *Uranbestimmung in Auxenit.* Man schmelzt 0,2 g der fein gepulverten Probe mit der 4fachen Menge Natriumcarbonat, entfernt die Kieselsäure wie üblich, verdampft das Filtrat zur Trockne und extrahiert mit 10 ml einer heißen m Ammoniumcarbonatlösung. Man füllt das Filtrat auf 25 ml auf und polarographiert 5 ml dieser Lösung nach Zusatz von 5 ml m $(NH_4)_2CO_3$-Lösung und 0,1 g festem Komplexon III. Die Urankonzentration wird nach der Methode der Standardzusätze ermittelt.

K. Protiva[4] empfiehlt zur *Bestimmung von Nickel und Kobalt in Sinterhartmetallen das polarographische Verfahren*, das geschwinder auszuführen und sparsamer im Reagenzienverbrauch ist als andere Methoden. Die Genauigkeit ist mindestens so groß wie bei der potentiometrischen Titration, besonders wenn Nickel und

[1] J. pharmac. Soc. Japan **73**, 656—657 (1953) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.-fass. ref.) Public Health Lab., Gifu (Japan).

[2] Chem. Listy **47**, 485, 492, 1303—1308 (1953). Univ. Prag.

[3] Coll. czechoslov. chem. Commun. **16**, 567—572 (1953). Univ. Prag.

[4] Chem. Listy **47**, 1095—1097 (1953) [Tschechisch]. Poldihütte, Kladno.

Kobalt gleichzeitig zugegen sind. — *Ausführung.* Zum Lösen der passend zerkleinerten Proben kann Salpetersäure oder Flußsäure dienen. Im ersten Fall erwärmt man 1 g feines Pulver 30 min mit der Säure im bedeckten Becher auf dem Sandbad, verdünnt mit 30 ml Wasser, erwärmt weitere 15 min, gibt 15 ml konzentrierte Salzsäure zu und hält noch 5 min in der Wärme. Bei Ti-haltigen Proben ist längeres Erwärmen notwendig. Nach dem Abkühlen füllt man im 100 ml-Meßkolben zur Marke auf. 20 ml des Filtrates (bei Co-Gehalten unter 2% 50 ml Filtrat) verdampft man zur Trockne, raucht zweimal mit je 5 ml Salzsäure ab, nimmt mit 2,5 ml Salzsäure (1 : 1) auf, überträgt in einen 100 ml-Meßkolben, fügt 3 g NH_4Cl, 3 ml reines Pyridin, 5 ml 1%ige Gelatinelösung zu und füllt zur Marke auf. Der Ti, Fe, Cr enthaltende Niederschlag wird abfiltriert und das Filtrat polarographiert. Die Stufen von Nickel und Kobalt erscheinen deutlich getrennt. - Zum Auflösen in Flußsäure übergießt man 0,2 g Probe im Platintiegel mit 5 ml Salpetersäure (1 : 1) und einigen Tropfen Flußsäure. Man überführt die Lösung in ein Becherglas, raucht wiederholt mit Salzsäure ab und verfährt dann wie angegeben mit dem Unterschied, daß man 10 ml 1%iger Gelatinelösung zufügt. H. Kurtenacker.

Die polarographische Schnellanalyse von Wolfram-Kobalt-Legierungen mit einer Durchschnittsgenauigkeit von $\pm 2{,}5\%$ wird nach I. A. Bucklow und T. P. Hoar[1] in folgender Weise ausgeführt: Etwa 100 mg der Probe werden in 20 ml in auf die Hälfte verdünnter Phosphorsäure in ungefähr 20 min unter Erhitzen gelöst. Nach dem Abkühlen wird mit konz. Salzsäure auf 100 ml aufgefüllt. Zur *polarographischen Bestimmung von Wolfram* werden 10 ml dieser Lösung mit 1 ml 0,2%iger Gelatinelösung versetzt, mit konz. Salzsäure auf 20 ml aufgefüllt als unbekannte Lösung, und 5 ml der Ausgangslösung, mit 5 ml W-Standardlösung (0,5 g W als Natriumwolframat, 0,5 g Co als Kobaltsulfat und 10% Phosphorsäure 1:1 mit konz. Salzsäure auf 1 Liter ergänzt) versetzt und mit 1 ml Gelatinelösung und Salzsäure zu 20 ml ergänzt, als Bezugslösung verwendet. Es wird von −0,1 bis −0,5 V polarographiert. Das Halbstufenpotential liegt bei −0,42 V gegen die Bodenelektrode. — Zur *Bestimmung von Kobalt* werden 20 ml der Ausgangslösung stark eingedampft, so daß der Salzsäureüberschuß entfernt ist, und nach dem Abkühlen mit Wasser auf 100 ml aufgefüllt. 10 ml dieser Lösung werden mit 1 ml 0,2%iger Gelatinelösung versetzt und, mit 1 m Ammoniak-1 m Ammoniumchloridlösung auf 20 ml aufgefüllt, polarographiert. Als Bezugslösung dient ein Gemisch aus 5 ml der Lösung und 5 ml Co-Standardlösung (0,1 g Co als Kobaltsulfat, 0,1 g W als Natriumwolframat, 2% Phosphorsäure 1:1 mit Wasser auf 1 Liter aufgefüllt), der 1 ml Gelatinelösung zugesetzt ist und die dann mit Pufferlösung zu 20 ml ergänzt ist. Polarographiert wird zwischen −1,00 und −1,40 V, das Halbstufenpotential liegt bei −1,2 V. K. Cruse.

M. Hemala[2] empfiehlt *zur polarographischen Bestimmung von Bromid* die Oxydation mit Hypochlorit zu Bromat, dessen Halbstufenpotential in Gegenwart von zweiwertigen Kationen (Ca^{++}, Sr^{++}, Ba^{++}) −1,57 V beträgt. Es ist von dem Halbstufenpotential des Jodats (−1,00 V) genügend weit entfernt, um die Bestimmung des Broms neben der 500fachen Menge Jodat durchführen zu können. Die Oxydation mit Hypochlorit erfolgt in schwach alkalischer Lösung, darauf folgendem vollständigen Eindampfen zur Trockne und Erhitzen des Rückstandes auf 200° C. Der Hypochloritüberschuß wird beim Erhitzen gleichzeitig zerstört, indem das Hypochlorit in Chlor, Chlorat und Chlorid übergeführt wird. *Brombestimmung in Wässern.* Man versetzt 20–50 ml des zu untersuchenden neutral oder alkalisch reagierenden Wassers mit 5 ml m Natriumhypochloritlösung (0,1 m NaOH enthaltend),

[1] Metallurgia (Manchester) **48**, 317—318 (1953). Univ. Cambridge (England).

[2] Chem Listy **47**, 1323—1325 (1953) [Tschechisch]. Naphthaforsch. Anstalt, Brünn.

verdampft auf dem Sandbad zur Trockne, erhitzt den Rückstand 15—30 min auf 200° C, versetzt nach dem Abkühlen mit 20 ml 0,025 m Salzsäure und 20 ml 0,1 m $CaCl_2$-Lösung und polarographiert nach Zugabe von 1 Tropfen 0,2%iger Gelatinelösung und Durchleiten von Stickstoff von 1,0 V angefangen. Der Diffusionsstrom ist im Bereich 0,4—60 mg Br/l der Bromidkonzentration proportional und unabhängig von der sonstigen Zusammensetzung des Wassers.

O. Tomíček, J. Číhalík, J. Doležal, V. Simon und J. Zýka[1] berichten über das *polarographische Verhalten von Palladium, Gold und Silber* in Lösungen der Hydroxyde von Li, Na, K, Ca, Sr, Ba, in Lösungen von NH_4OH mit Zusätzen von NH_4Cl, LiCl, NH_4SCN, in Lösungen von Triäthanolamin mit Zusätzen von KCl, KNO_3, LiCl, NH_4OH und in einigen anderen Elektrolytlösungen. Für die polarographische Bestimmung des *Palladiums* eignet sich als Elektrolyt am besten die gesättigte $Ba(OH)_2$-Lösung, in welcher eine genügend steile, gut meßbare Stufe bei dem Halbstufenpotential $\pi^1/_2$ — -1,11 V (gegen die gesätt. Kalomelelektrode) auftritt. *Gold* gibt in den Lösungen aller Alkali- und Erdalkalihydroxyde (außer $Ca(OH)_2$) gut ausgebildete Stufen. Die *Nebeneinanderbestimmung von Palladium und Gold* kann in der gesättigten $Ba(OH_2)$-Lösung erfolgen ($\pi^1/_2$ für Gold —0,48 V), oder auch in m NH_4OH-Lösungen, die außerdem NH_4Cl oder HN_4SCN in molarer Konzentration enthalten. In der NH_4OH-NH_4Cl-Lösung zeigt sich schon ohne Anlegen einer äußeren EMK ein Ansteigen des Diffusionsstromes, das der Reduktion von Au^{3+} entspricht, darauf tritt bei -0,73 V die gut meßbare Palladiumwelle auf. In der NH_4OH-NH_4SCN-Lösung wird zuerst Palladium bei — 0,73 V und erst dann Gold in gut meßbarer Stufe bei — 1,20 V reduziert. *Silber* ist in allen ammoniakalischen Lösungen dadurch gekennzeichnet, daß der Diffusionsstrom schon ohne Anlegen einer äußeren EMK ansteigt. — Die zahlreichen weiteren Ergebnisse der Untersuchung sind in der Originalarbeit tabellarisch zusammengestellt.

Das polarographische Verhalten von Gold und Palladium in einer Lösung von *Äthylendiamintartrat* untersuchen P. Beran, J. Číhalík, J. Doležal, V. Simon und J. Zýka[2]. Das Äthylendiamintartrat dient gleichzeitig als Trägerelektrolyt und als Komplexbildner. *Gold* zeigt in der 0,5 m bis 1 m Lösung des Reagenses eine gut ausgebildete Reduktionsstufe bei — 0,05 V (gemessen gegen die gesätt. Kalomelelektrode). In verdünnterem, 0,01—0,1 m Elektrolyt entsteht ein Maximum, das aber durch oberflächenaktiven Stoff leicht zu unterdrücken ist und die Stufe verschiebt sich zu positiveren Werten. Die Geschwindigkeit der Komplexbildung hängt sehr von der Konzentration des Äthylendiamintartrats ab. Man erreicht das Gleichgewicht rascher durch Zugabe des Goldes zur 1 m Lösung des Äthylendiamintartrats und Verdünnen mit Äthylendiamintartratlösung zur gewünschten Konzentration. Während Nitrat-Ionen weder den Reaktionsverlauf noch die Form der Kurven beeinflussen, verhindern Chlorid-Ionen die Bildung des Gold(III)-komplexes. *Palladium-Ionen* ergeben in Lösungen des Reagenses eine gut ausgebildete Stufe bei ungefähr -0,65 V. Erniedrigt man die Äthylendiamintartratkonzentration von 1 m auf 0,5—0,01 m, so entstehen Maxima, die aber durch Gelatine leicht zu unterdrücken sind. Der Palladiumkomplex bildet sich rascher als der Goldkomplex. Chlor-Ionen haben hier keine störende Wirkung. Bei Gold und Palladium besteht lineare Abhängigkeit der Stufenhöhe von der Konzentration. Das im Äthylendiamintartrat vorhandene Tartrat-Ion ist an der Komplexbildung des Goldes oder Palladiums nicht beteiligt, denn zahlreiche andere Äthylendiaminsalze geben die gleichen Stufen. Die Tartrat-Ionen sind aber zweckmäßig, um etwaige Begleitmetalle des

[1] Chem. Listy **46**, 714—718 (1952) [Tschechisch]. Univ. Prag.
[2] Chem. Listy **47**, 1309—1314 (1953) [Tschechisch]. Univ. Prag.

Goldes oder Palladiums zu maskieren. Man kann zu demselben Zweck auch das Citrat oder Phosphat verwenden.

P. Beran, J. Číhalík, J. Doležal, V. Simon und J. Zýka[1] prüfen in Fortsetzung der vorstehenden Versuche das polarographische Verhalten von Gold, Palladium und anderen Metallen (die in Legierungen neben Gold und Palladium vorkommen können) in Lösungen, die außer Äthylendiamintartrat auch die Komplexone I, III oder IV[2] als Komplexbildner enthalten. In den Komplexonlösungen allein bilden Gold und Palladium keine gut ausgebildete Stufen, Komplexon III reduziert Gold überdies zum Metall. In Gegenwart von Äthylendiamintartrat unterbleibt diese Reduktion. Gold und Palladium geben in Äthylendiaminacetatlösung auch in Gegenwart der Komplexone gut ausgebildete Stufen mit den Halbwellenpotentialen — 0,04 V bzw. — 0,72 V. Die neben den beiden Edelmetallen etwa vorhandenen anderen Metalle geben mit den Komplexonen I, III oder IV beständige Komplexe, die entweder polarographisch nicht in Erscheinung treten oder deren Halbstufenpotential sich genügend von dem Halbstufenpotential der Reduktion des Goldes oder Palladiums unterscheidet, um nicht zu stören. Bei passender Wahl der Komplexbildner kann man in der zu analysierenden Probe in einem einzigen Polarogramm die Haupt- oder Nebenbestandteile nebeneinander bestimmen. Die *Bestimmung des Goldes* wird von keinem der gewöhnlich vorkommenden Metalle (Pb, Cd, Cu, Bi, As, Sb, Sn, W, Mo, U, Cr, Co, Ni, Mn, Zn) mit Ausnahme des Eisens gestört. Auch diese Störung kann aber beseitigt werden, indem man das Eisen mit Fluorid-, bezw. Phosphat-Ionen oder mit Brenzcatechindisulfosäure (Tiron) in Gegenwart von Äthylendiamin maskiert. Die *Bestimmung des Palladiums* wird durch verschiedene Metalle, z. B. durch Cu, Bi gestört. Man kann die Störungen durch geeignete Kombination komplexbildender Zusätze ausschalten, oder man entfernt zunächst die störenden Elemente, was z. B. bei Sn, As und Sb durch Abrauchen der Chloridlösung mit Salzsäure gelingt. In *Dentallegierungen* können Au, Cu, Pd, Cd nebeneinander bestimmt werden, indem man 0,6—0,8 ml der Chloridlösung mit 4—5 ml einer 0,5 m Äthylendiamintartrat und 0,5 m Essigsäure enthaltenden Lösung und mit 0,6—0,8 ml 0,1 m Komplexon III-Lösung (+ 1 Tropfen 0,5%iger Gelatinelösung) versetzt und nach Durchleiten von Stickstoff polarographiert. Die Bestimmung von Au, Bi, Pb, Pd, Zn nebeneinander erfolgt aus der mit 5 ml 0,5 m Äthylendiamin — 0,5 m Essigsäure und mit 1 Tropfen 0,5%iger Gelatinelösung versetzten Probelösung (ohne Komplexonzusatz). Auf den Polarogrammen treten deutlich getrennte Stufen der einzelnen Metalle auf. — Weitere Einzelheiten mögen in den Originalarbeiten nachgelesen werden. H. Kurtenacker.

Über die polarographische Analyse von pharmazeutisch wichtigen Substanzen liegen folgende neuen Vorschriften vor: *Meconsäure*, z. B. in Opium, läßt sich nach K. Matsumoto und T. Matsui[3] in 0,1 n Kaliumchloridlösung in McIlvaine-Pufferlösung an einer Stufe analysieren, deren Halbstufenpotential, gegen die gesätt. Kalomelelektrode gemessen, sich zwischen den p_H-Werten 1 und 5 linear von − 0,72 bis — 1,04 V ändert (graphisch interpoliert, für $c = 5 \cdot 10^{-3}$ m Lösung). — *Süßstoffe der m-Nitroanilin-Reihe* (p-Nitro-o-Toluidin, p-Nitro-o-Aminoanisol und m-Nitroanilin) liefern in 0,1 n Kaliumchloridlösung mit 10% Alkohol nach den gleichen Autoren[4] ebenfalls eine Reduktionsstufe, deren Halbstufenpotential zwischen p_H 1 und 7 linear zu negativeren Werten wandert. Zur polarographischen Analyse wird

[1] Chem. Listy **47**, 1315—1322 (1953) [Tschechisch].

[2] Vgl. vorst. Referat.

[3] J. pharmac. Soc. Japan **73**, 652—653 (1953) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Public Health Lab., Gifu (Japan).

[4] J. pharmac. Soc. Japan **73**, 653 (1953) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.)

eine mit McIlvaine-Pufferlösung auf p_H 5 eingestellte Lösung empfohlen ($E_{1/2}$ liegt bei etwa —0,45 V, für $c = 5 \cdot 10^{-3}$ m).

K. Matsumoto[1] weist darauf hin, daß sich auch *Diacetylmorphin* polarographisch bestimmen läßt, wenn es zuvor zu Morphin verseift wird: 1 ml 10^{-2} bis 10^{-4} m Diacetylmorphinhydrochloridlösung ist mit 1 ml 20%iger Schwefelsäure durch Kochen auf dem Wasserbad in 10 min verseift. Die polarographische Bestimmung des Morphins wird nach der früher angegebenen Vorschrift vorgenommen[2].

Im Rahmen von Untersuchungen über die aerobische Züchtung von Anaeroben in Kulturen nach Brewer[3] hat V. B. D. Skerman[4] eine *Methode zur polarographischen Bestimmung von Thioglykolsäure, Cystein und Glutathion in solchen Nährböden ausgearbeitet.* Entgegen dem Befund von I. M. Kolthoff und C. Barnum[5] wird dabei festgestellt, daß Chlor-Ionen die Analyse nicht stören und in salzsaurer Lösung gearbeitet werden kann, wenn eine Grundlösung verwendet wird, die 1% Bakto-Pepton, 0,5% Bakto-Hefeextrakt und 0,5% Natriumchlorid enthält und auf das 10fache verdünnt wurde. Vor der Analyse wird 0,1% Agar zugesetzt und so lange mit Stickstoff durchperlt, bis bei —0,6 V (gegen die gesätt. Kalomelelektrode) kein Sauerstoff mehr angezeigt wird[6]. Wird diese so vorbereitete Lösung mit Salzsäure auf p_H 3 gebracht, so ist der Diffusionsstrom bei —0,02 V bis zu einem Gehalt von $1{,}2 \cdot 10^{-3}$ m Thioglykolsäure der Konzentration innerhalb 0,5% direkt proportional. — *Cysteinhydrochlorid* läßt sich auf die gleiche Weise bestimmen. Die Stufen beider Substanzen fallen zusammen und sind additiv. Ist Thioglykolsäure gleichzeitig anwesend oder wird die cysteinhaltige Lösung (in Grundlösung) erwärmt, so wird das von Kolthoff und Barnum bereits beschriebene Maximum unterdrückt. — *Glutathion* ist gleichfalls anodischer Depolarisator. In 10^{-3} n Salzsäure wie auch in der für Thioglykolsäure und Cystein vorgeschriebenen Grundlösung ist der bei 0,0 oder —0,02 V gemessene Diffusionsstrom der Konzentration bis zu $3 \cdot 10^{-4}$ m proportional. — Dithioglykolsäure stört nicht. Auch Cystin verursacht keine Fehler, wenn der Diffusionsstrom bei den angegebenen Potentialen gemessen wird. Die Empfindlichkeit der polarographischen Bestimmung der Sulfhydrylkonzentrationen ist größer als die bei Verwendung des üblichen Nitroprussidtestes. — *Thioglykolsäure* kann auch mit Sublimatlösung in 0,001 n Salzsäure amperometriert werden. Die umgekehrte Titration gelingt jedoch ebenso wenig quantitativ wie die Amperometrie von Cysteinlösungen. K. Cruse.

Zur polarographischen Bestimmung des in Form von Oxyhämoglobin gebundenen Sauerstoffs nach dem Verfahren von J. Šimavě[7] teilt V. Vojík[8] einige Beobachtungen mit. Er stellt fest, daß die zwei entstehenden Stufen (Sauerstoff und Peroxyd) teilweise so voneinander abhängig sind, daß die Peroxydstufe (scheinbar durch Katalaseeinwirkung) auf Kosten der Sauerstoffstufe an Höhe verliert. Indem man die Summe beider Stufenhöhen in der Pufferlösung vor und nach Zugabe

[1] J. pharmac. Soc. Japan **73**, 655 (1953) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.)

[2] Matsumoto, K., J. pharmac. Soc. Japan **72**, 1393 (1952) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.)

[3] J. H. Brewer, J. Amer. med. Assoc. **115**, 598 (1940).

[4] Austral. J. exp. Biol. med. Sci. **6**, 276—299 (1953). Univ. Queensland (Australien).

[5] J. Amer. chem. Soc. **63**, 520 (1941).

[6] Skerman, V. B. D., und N. Millis, Austral. J. exp. Biol. med. Sci. **27**, 183 (1949).

[7] Sborník I. mezinárodního polarogr. Sjezdu v Praze **1**, 779 (1953); vgl. diese Z. **140**, 357 (1953).

[8] Chem. Listy **47**, 1233 (1953) [Tschechisch]. Inst. f. org. Synthesen Rybitví.

des hämolysierten Blutes vergleicht, erhält man zuverlässige Ergebnisse für die Sauerstoffkapazität des Blutes. Die Bestimmung ist wichtig zur Erkennung von Schädigungen durch Gifte im Betrieb. H. KURTENACKER.

Amperometrie. *Die Titration von Kupfer* mit Kaliumäthylxanthogenat wurde von ELENA GAGLIARDO und MAGDA KÖRNER[1] ausgearbeitet. Die hierzu erforderliche Kaliumäthylxanthogenatlösung (p.a., Merck) ist stets frisch zu bereiten, da rasch Trübungen auftreten. Ihr Titer wird jedesmal volumetrisch ermittelt[2]. Als Trägerelektrolyt benutzt man eine 0,5 n Natriumchloridlösung mit 0,05% Gelatine. Die Titration des Kupfers erfolgt bei Raumtemperatur in Wasserstoffatmosphäre bei −0,4 V (E.C.S.). Verdünntere Kupferlösungen als ungefähr 10^{-3} molare lassen sich nicht mehr titrieren. Der Titer der Xanthogenatlösung wird gegen eine Kupferlösung von bekanntem Gehalt gestellt. H. FREYTAG.

Zur amperometrischen Bestimmung von Hydroxylamin eignen sich nach A. BLAŽEK[3] die Titrationen mit $TiCl_3$-Lösung oder mit Bromatlösung. — *Die Bestimmung mit 0,1 n $TiCl_3$-Lösung* führt man in 0,2 m Oxalsäurelösung aus. In dieser Lösung reagieren Ti^{3+} und Hydroxylamin im Molverhältnis 1 : 1, was der Gleichung $Ti^{3+} + HONH_3^+ = Ti^{4+} + \dot{N}H_2 + (OH^- + H^+)$ entspricht. Die entstehenden freien NH_2-Radikale werden von der Oxalsäure gebunden. (In salz- oder schwefelsaurer Lösung ergibt sich ein anderes Molverhältnis der reagierenden Stoffe als 1 : 1). Man titriert in einem Volumen von 10 ml bei 50° C in Stickstoffatmosphäre an der tropfenden Quecksilberelektrode, die mit der gesätt. Kalomelelektrode kurz geschlossen wird. Es ergibt sich eine $\lrcorner$-förmige Titrationskurve. Da der Ti^{III}-Oxalatkomplex intensiv gelb gefärbt ist, erkennt man das Titrationsende auch an dem Gelbwerden der Lösung. — *Bei der Titration mit 0,1 n $KBrO_3$-Lösung* in einem Volumen von 10 ml in 2 n salzsaurer Lösung unter Zusatz von 2 ml 40%iger KBr-Lösung mit rotierender Platinelektrode tritt in kurz geschlossenem System mit der gesätt. Kalomelelektrode nach Erreichen des Äquivalenzpunktes der ansteigende Diffusionsstrom des freigesetzten Broms auf. Bei 60—70° C verläuft die Reaktion genügend rasch. 3 Mole Hydroxylamin verbrauchen 1 Mol Bromat, es findet also Oxydation zu N_2O statt. Die Titrationskurve ist auch hier $\lrcorner$-förmig. — Der mittlere Fehler bei beiden Bestimmungsmethoden beträgt etwa 0,7%. H. KURTENACKER.

Die Bestimmung von Stickstoff in organischem Material läßt sich nach I. M. KOLTHOFF, W. STRICKS und L. MORREN[4] *amperometrisch* an der rotierenden Platinelektrode durchführen, da auch die Bestimmung von geringsten Mengen Ammoniak amperometrisch mit Hypobromit quantitativ gelingt. Zwar ist der Diffusionsstrom bei −0,2 V (gemessen gegen die gesätt. Kalomelelektrode) p_H-abhängig, er wird auch durch den Sauerstoffgehalt der Lösung beeinflußt, bei Standardbedingungen ist er jedoch der Hypobromitkonzentration streng linear proportional. *Ammoniak* und z. B. *arsenige Säure*, d. h. sämtliche mit Hypobromit stöchiometrisch reagierenden Substanzen, können auf diese Art einfach, schneller und sogar genauer als nach anderen Methoden bestimmt werden. *Zur Bestimmung von Stickstoff in Blut* oder anderem organischem Material wird eine etwa 1 mg Stickstoff entsprechende Menge (0,1—1 ml Serum) mit 1 ml konz. Schwefelsäure im 100 ml-KJELDAHL-Kolben erhitzt (15 min), nach Abkühlen und Zugabe von 150 mg Kaliumpersulfat (wasserfrei)

[1] Atti Accad. naz. Lincei, Ser. 8, **14**, 77—80 (1953). Cons. Nazion. Ricerche, Padua (Italien).

[2] ODDO, B.: Atti Accad. naz. Lincei, Rend. [5] **12**, II, 435 (1903); Gazz. chim. ital. **33**, 134 (1903).

[3] Chem. Listy **47**, 1003—1007 (1953) [Tschechisch]. Akad. Wissensch. Prag.

[4] Analyst (London) **78**, 405—414 (1953). Univ. of Minnesota, Minneapolis, Minn. (USA.).

abermals erhitzt (etwa 1 min), bis die Lösung farblos ist, dann noch weitere 5 min, um überschüssiges Persulfat zu zerstören. Nach Abkühlen werden 5 ml ammoniakfreies Wasser zugefügt, Schwefeldioxyd wird verkocht, dann vorsichtig mit Natronlauge (anfangs 10 m, zuletzt 0,1 m-Lösung) und Bromkresolgrün als Indicator neutralisiert. Die Lösung wird auf 25 ml aufgefüllt. 5 ml der Lösung — sie sollen einer $4 \cdot 10^{-5}$ bis $6 \cdot 10^{-4}$ m Ammoniaklösung entsprechen — werden dann amperometriert mit $3 \cdot 10^{-3}$ bis $3 \cdot 10^{-2}$ m Natriumhypobromitlösung, die 20 g Brom und 12 g Natriumhydroxyd in 2 Litern enthält. Diese an Hypobromit 0,06 m und an Natriumhydroxyd 0,1 m Lösung wird vor Gebrauch entsprechend weiter verdünnt und gegen $2{,}5 \cdot 10^{-3}$ m lackmusneutrale Arsenigsäurelösung amperometrisch eingestellt. Die Titration erfolgt in Lösungen, die 0,2 m an $NaHCO_3$, gegebenenfalls auch 0,01 m an NaOH sind (p_H 8,2—8,8). Bei allen Ammoniakbestimmungen wird gegen eine Leerprobe korrigiert. Der Diffusionsstrom durchläuft bei der Titration ein Maximum und steigt erst bei Hypobromitüberschuß linear an. Es wird daher stets übertitriert und auf den Schnittpunkt der Überschußgeraden mit dem Grundstrom der Leitsalzlösung interpoliert. Die Korrektur liegt unter 1% des Hypobromitverbrauchs. Die Genauigkeit der Methode ist besser als 2%. K. Crtse.

O. Tomíček, J. Čihalík, J. Doležal, V. Simon und J. Zýka[1] verglichen verschiedene organische Reagenzien, nämlich *Diacetyldioxim*, *Salicylaldoxim*, *Oxin* und *Mercaptobenzthiazol* in bezug auf ihre Eignung zur *amperometrischen Bestimmung von Palladium*. Das bestgeeignete Reagens ist nach diesen Untersuchungen das *Diacetyldioxim*, das mit Palladiumsalzen bekanntlich unter Abscheidung eines gelben unlöslichen innerkomplexen Salzes reagiert. In salzsaurer, etwas Salpetersäure und KNO_3 enthaltender Lösung können Palladiumkonzentrationen von $2{,}5 \cdot 10^{-2}$ bis $2{,}5 \cdot 10^{-4}$ m Pd ohne Anlegen einer äußeren Spannung mit gutem Erfolg durch Titration mit Diacetyldioximlösung bestimmt werden. Cd^{2+}, Pb^{2+}, Bi^{3+}, Co^{2+}, Ni^{2+}, Zn^{2+}, Mn^{2+}, Al^{3+} stören auch in 50fachem Überschuß nicht, ebensowenig stören die Metalle der 4. und 5. analytischen Gruppe. Silber fällt als AgCl. Die Pd-Titration kann ohne Rücksicht auf den Niederschlag selbst neben der 100fachen Ag-Menge durchgeführt werden. Gold kann in doppelter Menge zugegen sein ohne zu stören, größere Au-Mengen kommen in Pd-Legierungen praktisch nicht vor. — *Ausführung.* Man macht die 0,5—10 mg Pd enthaltende Lösung 0,1—0,5 n salzsauer, 0,05 n salpetersauer und 0,1 n KNO_3-haltig. Hierauf titriert man mit 0,01 n alkoholischer Diacetyldioximlösung im kurz geschlossenen System (tropfende Hg-Elektrode als Kathode, gesätt. Kalomelelektrode als Bezugselektrode). Nach jedem Zusatz der Maßflüssigkeit rührt man 1 min lang. Die Titrationskurve hat die L-Form. — *Mercaptobenzthiazol* ist das empfindlichste Reagens zur Pd-Bestimmung. Man erhält bei der Titration mit 0,05 n Reagenslösung selbst in $5 \cdot 10^{-5}$ m Palladiumlösungen sehr befriedigende Werte, wenn in ammoniakalischer, neutraler oder acetatgepufferter Lösung (p_H 5) mit einer angelegten Spannung von 400—600 mV titriert wird. Ungünstig ist die geringe Selektivität des Reagenses. In ammoniakalischer Lösung werden die meisten 2wertigen Kationen gefällt, in acetatgepufferter Lösung (p_H 5) fallen alle Metalle der Silber-Kupfer-Gruppe außer Cadmium. Platinmetalle und Gold machen die Pd-Bestimmung ebenfalls unmöglich. — Salicylaldoxim und Oxin erwiesen sich als schlecht brauchbar zur Pd-Bestimmung.

Zur Bestimmung von Cystein und von freien Sulfhydrylgruppen in Eiweißstoffen empfehlen L. Matoušek und Olga Laučíková[2] die direkte *amperometrische* (polarimetrische) *Titration mit p-Chlormercuribenzoat* als Verbesserung der indirekten

[1] Chem. Listy 47, 711—714 (1952) [Tschechisch]. Univ. Prag.

[2] Chem. Listy 47, 1062—1065 (1953) [Tschechisch]. Tschechoslow. Akad. Wissensch., Prag.

Methode von L. R. Mc Donnell, R. B. Silva und R. E. Feeney[1], die darauf beruht, daß man die Eiweißlösung mit überschüssiger Lösung von Natrium-p-chlormercuribenzoat versetzt und den unverbrauchten Rest mit Cysteinlösung gegen Nitroprussidnatrium als Tüpfelindicator zurücktitriert. An der tropfenden Quecksilberelektrode wird die p-Chlormercuribenzoesäure in 2 Stufen reduziert; die 1. Stufe entspricht der Bildung von einwertigem Quecksilber, die zweite der Lösung der Hg-C-Bindung unter Bildung von metallischem Hg und von Benzoesäure. Das Reaktionsprodukt der p-Chlormercuribenzoesäure mit Stoffen, die freie Sulfhydrylgruppen enthalten, wird erst bei einem negativeren Halbstufenpotential reduziert, als der ersten Stufe der Reduktion des Reagenses entspricht. Die Titration kann in einem weiten p_H-Gebiet durchgeführt werden. Sie ist spezifisch für Sulfhydrylgruppen. Cystin und Methionin stören nicht. Die Genauigkeit beträgt etwa $\pm$ 3%. — *Ausführung.* Man löst 10—30 mg des Eiweißstoffes in 2 ml 0,1 n Acetatpuffer (p_H 4.5) und titriert an der tropfenden Quecksilberelektrode unter Verwendung der gesatt. Kalomelelektrode als Vergleichselektrode mit der 0,001 m Lösung von Natrium-p-chlormercuribenzoat. Der Strom bleibt zunächst auf der Höhe des Kapazitätsstromes und steigt erst bei Zugabe eines Reagensüberschusses proportional der Konzentration dieses Überschusses an. Der Äquivalenzpunkt ergibt sich als Schnittpunkt zweier Geraden. Die Eiweißstoffe werden an der Quecksilberoberfläche stark adsorbiert, die einzelnen Quecksilbertropfen schließen eine gewisse Menge Lösung ein und entziehen sie der Titration. Der Fehler ist aber bei den angewandten Konzentrationsverhältnissen gering. H. Kurtenacker.

Chromatographie. D. R. Kalkwarf und A. A. Frost[2] versuchten, die *Ultrarotstrahlung zur Feststellung farbloser Substanzen auf Papierchromatogrammen* heranzuziehen. Es wurde ein Apparat entwickelt, um die Emmissions- und Absorptionseigenschaften von Papierstreifen im Ultrarot laufend aufzuzeichnen. Mit Hilfe des Apparats gelang der Nachweis verschiedener Substanzen auf dem Papier, aber nur, wenn sie in Milligrammengen vorlagen. Da in der Papierchromatographie lediglich Substanzmengen in der Größenordnung von Mikrogrammen von Interesse sind, kann das Ultrarotverfahren zunächst nicht angewendet werden.
H. Kurtenacker.

A. A. Christomanos[3] hat ein selbstgebautes *Elektrophotometer* beschrieben, mit dem die bei der Ninhydrinreaktion mit *Aminosäuren entstehenden Farbflecken auf Papierchromatogrammen* schnell und zuverlässig ausgewertet werden können. Im sorgfältig stabilisierten Netzgerät sind zwei 6D6-Röhren in Kaskadenschaltung derart kompensiert, daß kleinste Änderungen einer mittels Photozelle aufgefangenen Lichtintensität hinreichend empfindliche Anzeigen an einem Milliamperemeter hervorrufen. — Zur elektrophotometrischen Bestimmung wird das Chromatogramm im Fleck durchstrahlt mit einem Lichtstrahl, dessen Größe durch eine Irisblende auf etwa 8 mm Durchmesser begrenzt ist, d. h. es wird stets der Gesamtbereich eines Flecks durchleuchtet, welcher 0,001 mg Aminosäure entspricht. Da die Ausdehnung der Flecken schwankt und da die Farbtiefe bei Konzentrationen von 0,1 bis 0,04 mg Aminosäure nur wenig verschieden ist, die Fleckenausdehnung aber merklich variiert[4], wird auch die Fleckengröße auf Millimeterpapier genau ausgemessen (24 Std nach der Entwicklung, da dann größte Farbtiefe) und das Produkt aus Photometeranzeige und Fleckengröße zur Analyse verwertet.

[1] Arch. Biochem. Biophysics **32**, 288 (1951).
[2] Analyt. Chemistry **26**, 191—195 (1954). Northwest. Univ., Evanston, Ill. (USA).
[3] Enzymologia (Den Haag) **16**, 87—90 (1953). Univ. Athen.
[4] Das Gegenteil ist bei noch kleineren Konzentrationen der Fall.

Sind Eichkurven für *eine* Aminosäure bekannt, so kann diese als Vergleichseinheit auch für andere Aminosäuren herangezogen werden, wenn das Verhältnis der Molekulargewichte als Korrektionsfaktor berücksichtigt wird. Wird auf konstante Temperatur und auf stets gleiche Entwicklung geachtet und wird stets gleichmäßig mit Ninhydrin besprüht, dann ist die Methode vorzüglich zu schnell orientierenden, approximativ quantitativen Bestimmungen geeignet.

H. VAN DUIN[1] hat für die *lineare Abhängigkeit des Logarithmus des wahren Retentionsvolumens R_t homologer Reihen* bei der Verteilungschromatographie ergänzend[2] folgende Überlegungen mitgeteilt: Da die Beziehung $\log (R_{t_{m+n}}/R_{t_m}) = n \cdot c \equiv \log A$ gilt (wobei c von der Natur der angereihten Gruppe und vom Verteilungssystem abhängt), muß für zwei verschiedene Systeme I und II für die gleichen homologen Reihen auch gelten $\frac{\log A_{\mathrm{I}}}{\log A_{\mathrm{II}}} = \frac{c_{\mathrm{I}}}{c_{\mathrm{II}}}$, d.h. $\log A_{\mathrm{I}} = \text{const.} \cdot \log A_{\mathrm{II}}$ und für $c_{\mathrm{I}} = c_{\mathrm{II}}$ resultiert eine Gerade mit 45° Neigung. Bezieht man die Retentionsvolumina einer Reihe q aber auf das einer Substanz aus einer von ihr verschiedenen Reihe p, dann gilt die 45°-Neigung für die q-Reihe nicht, man erhält vielmehr die Gleichung $\frac{(qR_{t_{m+n}}/pR_{t_m})_{\mathrm{I}}}{(qR_{t_{m+n}}/pR_{t_m})_{\mathrm{II}}} = \frac{(qR_{t_m}/pR_{t_m})_{\mathrm{I}}}{(qR_{t_m}/pR_{t_m})_{\mathrm{II}}}$. Die Neigung ist dann in der Regel von 1 verschieden. Ersetzt man R_t durch $(1/R_t - 1)$ bzw. durch den Verteilungskoeffizienten α, dann sind die Zusammenhänge auch auf die Papierchromatographie bzw. auf die Gegenstromverteilung anwendbar und zwar grundsätzlich unabhängig davon, ob es sich um aliphatische homologe Reihen oder um andere handelt.

H. VAN DUIN[3] hat außerdem darauf hingewiesen, daß man eine für die *Verteilungschromatographie homologer Serien* sehr nützliche Beziehung aufstellen kann: Kombiniert man nämlich die von A. J. P. MARTIN[4] angegebene Beziehung zwischen dem Verteilungskoeffizienten (α) zweier Substanzen A und B, die einer homologen Reihe als Nachbarn angehören, und der Differenz ihrer chemischen Potentiale $\Delta\mu$, die für molare Konzentrationsangabe $\ln \alpha'_A - \ln \alpha'_B = \frac{\Delta\mu}{RT}$ lautet, mit einer früheren von A. J. P. MARTIN und R. L. M. SYNGE[5] nach der für die Konzentrationsangabe in g/l $\alpha = A/RA_S - A_L/A_S$ (A = Querschnitt der Säule, A_L = Querschnitt der beweglichen und A_S = Querschnitt der nicht beweglichen Phase) und führt das scheinbare Retentionsvolumen R_a ein (das ist das Volumen der beweglichen Phase, das die Säule verläßt, während der Schwerpunkt der Zone die ganze Säule durchwandert) und berücksichtigt, daß dieses sich vom wahren Retentionsvolumen R_t um das Volumen V_L der beweglichen Phase unterscheidet, dann erhält man die Beziehung $\alpha = \frac{Ra - V_L}{V_S} = \frac{R_t}{V_S}$; und da $\ln \alpha'_A - \alpha'_B$ für benachbarte Homologe, die sich z. B. nur durch eine CH_2-Gruppe unterscheiden, konstant ist, so folgt, daß die Logarithmen der wahren Retentionsvolumina der Zahl der C-Atome im Molekül linear proportional sind. Man erhält also eine (in ideal ver-

[1] Biochim. Biophysica Acta (Amsterdam) **10**, 343 (1953). Netherlands Institute of Dairy Research, Ede (Holland).

[2] H. VAN DUIN, Biochim. Biophysica Acta (Amsterdam) **9**, 580 (1952); vgl. folg. Referat.

[3] Biochim. Biophysica Acta (Amsterdam) **9**, 580 (1952). Unilever Res. Lab., Zwijndrecht (Holland).

[4] Biochem. Soc. Symposia **3**, 4 (1950).

[5] Biochemic. J. **35**, 1358 (1941).

dünnten Lösungen und idealen Säulen exakte) Beziehung, nach der für eine bestimmte Säule homologe Verbindungen aus dem Retentionsvolumen identifiziert werden können[1]. K. Cruse.

Die Chromatographie auf mit Aluminiumhydroxyd getränktem Filtrierpapier verwenden Y. Oka und A. Murata[2–5] zur Trennung verschiedener Metall-Ionen. Als Entwickler dient im allgemeinen Wasser, zur Zink-Cadmiumtrennung verwendet man vorteilhaft eine wäßrige Lösung von Kaliumjodid. Das *Papier* stellt man durch Tränken mit Natriumaluminatlösung und Ausfällen des Aluminiumhydroxyds mit gesättigter Natriumhydrogencarbonatlösung auf der vorher getrockneten Oberfläche her[2]. — Mit reinem Wasser gelingt die Trennung von 1,9 *µg Kupfer von der 50fachen Zinkmenge*, eine Menge von 0,06 *µg* Cu kann noch neben dem 100000fachen Zinküberschuß erkannt werden. Zum Sichtbarmachen der Flecke verwendet man Schwefelwasserstoff, die kleinsten Mengen stellt man mit Rubeanwasserstoffsäure fest[3]. – Aus einem Gemisch der Sulfate oder Nitrate von Cu, Zn, Cd, Pb, Mn, Ni und Co gelingt die quantitative Abtrennung von *Kupfer und Blei*, die übrigen sind nur unvollständig voneinander trennbar[5]. Bei der Trennung von *Zink und Cadmium* entwickelt man vorteilhaft mit 0,5 n wäßriger Kaliumjodidlösung. Dabei wandert das komplex gebundene Cadmium mit der Flüssigkeit mit, während die Zone des Zinks am Startpunkt bleibt. So können noch 3 *µg* Zn von der 1000fachen Menge Cadmium getrennt, 0,06 *µg* Zn neben 100000fachen Cadmiummenge erkannt werden. Dabei werden die Zinkflecke durch Besprühen des mit H_2S behandelten Papierstreifens mit ammoniakalischer Silbernitratlösung sichtbar gemacht[4, 5]. Wenn es nicht auf die exakte Bestimmung des R_f-Wertes ankommt, kann man in allen Fällen in unverschlossenen Gefäßen arbeiten. H. Kurtenacker.

Ein neues Sprühreagens für die Papierchromatographie von Kohlenhydraten und Polyalkoholen wird von D. J. D. Hockenhull[6] bekanntgegeben. Es beruht auf der Bildung saurer Borsaurekomplexe dieser Verbindungen und besteht aus 1 Teil 0,05 n Natriumboratlösung (pH 9,81), 2 Teilen Phenolrotlösung (2 mg/ml in Äthanol, mit Natronlauge eben alkalisch gestellt) und 7 Teilen Methanol. – Polyhydroxylverbindungen geben gelbe Flecke auf purpurfarbenem Untergrund. H. Sperlich.

Die Farbflecken, die auf Papierchromatogrammen von Zuckern mit den üblichen Sprühreagenzien erhalten werden, sind *nicht beständig* und die Chromatogramme können daher nicht als Belege erhalten werden. Da die Farbflecken im *Ultraviolett stark absorbieren*, schlagen G. L. Kilgour und G. G. S. Dutton[7] die Herstellung *photographischer Kopien* vor. Dazu legt man das besprühte und getrocknete Chromatogramm dicht auf die Emulsionsseite eines photographischen Bromsilberpapiers und bestrahlt 1—2 sec mit einer kleinen UV-Lampe, die in etwa 30 cm Entfernung gehalten wird. Das Papier wird in der gewöhnlichen Art entwickelt und fixiert. Man kann mehrere Kopien herstellen. Die Flecken sind scharf, ermöglichen die Messung

[1] Man vergleiche auch hierzu A. T. James und A. J. P. Martin, Biochemic. J. **50**, 679 (1952); vgl. diese Z. **142**, 449 (1954).

[2] Sci. Rep. Tôhoku Univ. Ser. A, **3**, 82—90 (1951). Res. Inst. Min. Dressing and Metallurgy (Japan),

[3] Sci. Rep. Tôhoku Univ. Ser. A, **3**, 707—710 (1951).

[4] Sci. Rep. Tôhoku Univ. Ser. A, **3**, 710—715 (1951).

[5] Sci. Rep. Tôhoku Univ. Ser. A, **5**, 343—349 (1953).

[6] Nature (London) **171**, 982 (1953). Glaxo Lab., Ltd., Sefton Park, Stoke Poges, Bucks. (England).

[7] Canad. J. Chem. **31**, 1260–1261 (1953). Univ. of British Columbia, Vancouver (Canada).

der R_f-Werte und auch angenäherte quantitative Bestimmungen. Auch in sichtbaren Licht unkenntliche Flecken treten im UV-Licht hervor, z. B. die Flecken der Uron- und Biuronsäuren. - Die bekannten Sprühreagenzien haben den Nachteil, nicht mit allen Zuckern gleichartig zu reagieren. Die Verf. empfehlen als neues Sprühreagens eine 2%ige Lösung von *Anilinhydrogenmalonat in Eisessig*. Sie gibt mit Pentosen und Hexosen rosa bzw. grüne Färbungen, reagiert aber nicht befriedigend mit Uronsäuren. Das beste, allgemein anwendbare Reagens ist *Anilintrichloracetat*[1]. H. Kurtenacker.

G. Schenck und J. Härtel[2] haben beobachtet, daß *aromatische Endiole* sich mit *Piperazin auf Chromatogrammen* sehr differenziert *anfärben* lassen, wie dies für *Eugenol* z. B. bereits von L. Rosenthaler[3] mitgeteilt wurde. Als besonders vorteilhaft ist hierbei anzusehen, daß nicht mehr wie nach der Methode von F. Weyand und E. Csendes[4] in pyridinhaltiger methanolischer Lösung Metall-Ionen zugegen sein müssen (z. B. $TiCl_3$), was unerwünscht ist, da auch o-Chinone oder Dehydroascorbinsäure durch Ti^{III}-Ionen zu Endiolen reduziert werden.

A. G. Newcombe und S. G. Reid[5] haben die *Reaktionsfähigkeit von Aldehyden mit Hydrogensulfitlauge zu ihrer papierchromatographischen Trennung von Ketonen ausgenutzt*. Wird nämlich ein Gemisch von Vanillin, Acetovanillon, Veratrumaldehyd und Acetoveratron auf üblichen Papierstreifen 1 Std mit der nichtwäßrigen Phase einer Mischung von Hexan-Chloroform-Wasser (9:1:10) entwickelt und nach dem Trocknen durch Besprühen mit 2, 4-Dinitrophenylhydrazin in salzsaurer Lösung angefärbt, so entstehen nur zwei Flecken; wird jedoch das Papier mit Natriumhydrogensulfitlösung vorbehandelt, so werden 4 deutlich getrennte Flecken erkennbar, d. h. hier sind nicht nur Vanillin zusammen mit Acetovanillon einerseits und Veratrumaldehyd mit Acetoveratron andererseits, sondern sämtliche 4 Substanzen durch einen eigenen R_f-Wert charakterisiert, der in der Reihe Vanillin, Veratrumaldehyd, Acetovanillon und Acetoveratron ansteigt. — Die chromatographische Trennung läßt sich auch durch andere chemische Reaktionen differenzieren. Verwendet man z. B. ähnlich wie nach J. A. Durant[6] mit Natriumcarbonat imprägniertes Papier, so wird der R_f-Wert von Vanillin als einem Phenol stark verringert, Veratrumaldehyd hingegen wandert ungestört. Mit prim. Natriumphosphatlösung als Imprägniermittel können Vanillinsäure (verharrt an der Startlinie) und Vanillin getrennt werden, wenn mit Wasser gesättigtes Benzol, wenn also ein nur hinreichend aktiver Entwickler verwendet wird. K. Cruse.

Über die papierchromatographische Bestimmung von Ketosäuren im Blut teilt Dorothy Turnock[7] neue Beobachtungen mit. Wurden die Ketosäuren nach T. E. Friedemann und G. E. Haugen[8] als Hydrazone aus dem Blut abgetrennt und nach S. M. Altmann, E. M. Crook und S. P. Datta[9] chromatographiert, so konnte man durch photographische Aufnahme mit Blaufilter auf dem Chromatogramm 4 Flecke nachweisen, von denen sich 2 dem Hydrazon der Brenztraubensäure, 2 schwächere, schneller laufende dem der Phenylbrenztraubensäure zuordnen

[1] Hough, L., J. K. N. Jones und W. H. Wadman, J. chem. Soc. (London) **1950**, 702.
[2] Naturwissenschaften **41**, 18—19 (1954). Pharmaz. Inst., Freie Univ. Berlin.
[3] Pharmac. Acta Helvetiae **1926**, 119.
[4] Chem. Ber. **85**, 45 (1952); vgl. diese Z. **136**, 380 (1952).
[5] Nature (London) **172**, 455—456 (1953). Ontario Res. Found. Toronto (Canada).
[6] Nature (London) **169**, 1062 (1952). Vgl. diese Z. **141**, 133 (1954).
[7] Nature (London) **172**, 355—356 (1953). Univ. Liverpool (England).
[8] J. biol. Chemistry **147**, 415 (1943).
[9] Biochemic. J. **49**, LXIII (1951).

ließen. Wurde dasselbe Blut aber nach D. Cavallini, N. Frontali und G. Toschi[1] auf Ketosäuren untersucht, so entstanden auf dem Chromatogramm mehr Flecke, und zwar entsprach einer der α-Ketoglutarsäure, 2 der Brenztraubensäure, 2 der Phenylbrenztraubensäure; 2 weitere, nicht identifizierte, sehr schwache Flecke besaßen R_f-Werte von 0,44 und 0,73. Verf. mißt der Methode von Friedemann und Haugen die größere Spezifität zu. Ob man die Papierchromatogramme der Ketosäuren quantitativ auswerten kann, hält Verf. solange für zweifelhaft, als man nicht die Ursache für die Zweispaltung der Brenztraubensäure- und Phenylbrenztraubensäureflecke erklären kann. F. Neumann.

Über die papierchromatographische Trennung von Chlorphenolen und Chlorphenoxyessigsäuren berichten A. Siegel und K. Schlögl[2]. Für Chlorphenole eignet sich das Lösungsmittel: Isoamylalkohol-konz. Ammoniaklösung-Wasser (30:15:5). Die Sichtbarmachung der Flecke erfolgt 1. durch Besprühen mit einer gesättigten Lösung von diazotierter Sulfanilsäure in Wasser-Äthanol (1:1)[3] und Räuchern mit Ammoniak (nur für Phenole mit freien o- und p-Stellen); 2. durch Besprühen mit einer 0,02%igen Lösung von 4-Methylumbelliferol in Wasser-Äthanol (2:1), die auf etwa p_H 8 mit einigen Tropfen Ammoniaklösung eingestellt ist. Chlorphenole löschen die Fluorescenz. — Zur Trennung nahe beieinander wandernder Chlorphenole und zur zusätzlichen Identifizierung dieser Verbindungen können die mit Reagens 1 entstandenen Azofarbstoffe auf ein zweites Chromatogramm übertragen und mit dem Lösungsmittel: n-Butanol-Äthanol-Wasser (25:15:5) entwickelt werden. Dazu werden die Substanzflecke des ersten Chromatogramms ausgeschnitten und mit Hilfe von zwei durch Gummiringe zusammengehaltenen Glasstreifen an die Startlinie des zweiten Papierstreifens angepreßt[4]. Eine weitere Identifizierung von Chlorphenolen ergibt sich durch die Darstellung der entsprechenden Phenoxyessigsäuren, die dann nach einem früher beschriebenen Verfahren[5] mit Isoamylalkohol-konz. Ammoniak-Wasser chromatographiert werden können. H. Sperlich.

Zur papierchromatographischen Trennung von Zwischenprodukten von Lebensmittelfarbstoffen geben Y. Hashimoto und Sh. Shimizu[6] eine Methode an, die auch zur quantitativen Bestimmung von Teerfarbstoffen, die als Lebensmittelfarben verwandt werden, wie z. B. Amaranth, Neucoccin, Indigocarmin, dienen kann. — Zwischenprodukte von Lebensmittelfarbstoffen wie R- und G-Säure sind sehr schwierig in reinem Zustand zu erhalten. Ihre vollständige Trennung wird erreicht durch Anwendung der Tüpfelreaktion nach F. Feigl[7] unter Verwendung eines Rundfilters und einer Mischung von Butanol-Wasser-Essigsäure (5:4:1) als Lösungsmittel. Man arbeitet in einem nahezu luftleeren Gefäß bei niederem Druck. Die R_f-Werte betragen für R-Säure 0,07, für G-Säure 0,11. Die Trennungszonen werden ausgeschnitten, extrahiert und mit diazotierter Naphthionsäure in alkalischem Medium zu Amaranth und Neucoccin gekuppelt. Die so erhaltenen roten Farbstoffe werden mit Hilfe eines Elektrophotometers colorimetrisch bestimmt.
Doris Heiligmann.

[1] Nature (London) **164**, 792 (1949).
[2] Mh. Chem. (Wien) **84**, 686—691 (1953). Univ. Wien.
[3] Darstellung siehe F. Cramer, Papierchromatographie, 2. Aufl. S. 89, 1953.
[4] Schlögl, K., und A. Siegel: Hoppe Seyler's Z. physiol. Chem. **292**, 263 (1953); vgl. diese Z. **142**, 120 (1954).
[5] Schlögl, K., und A. Siegel: Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta (Wien) **40**, 202 (1953).
[6] J. pharmac. Soc. Japan **73**, 767—769 (1953) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.-fass. ref.). Univ. Kyoto und San-ei Chem. Ind. Co., Ltd., Toyona.
[7] Nature (London) **170**, 442 (1951).

Mittels papierchromatischen Verfahrens lassen sich nach T. NAKABAYASHI[1] natürliche Cumarinderivate, wie *Umbelliferon, Hernianin, Daphnetin, Aesculetin, Citropten, Fraxetin, Umbelliferonglucosid, Daphnin, Aesculin* und *Fraxin* bestimmen, indem nach der absteigenden Wanderungsmethode durch entwickelnde Lösungsmittel, wie wassergesättigtes Isoamylacetat, Isoamylalkohol, Phenol und Chloroform sowie mit der Mischung Isoamylalkohol-Essigsäure-Wasser (4:1:2) im Original näher angegebene, voneinander verschiedene Färbungen von Hellviolett, Blau, Violett, Gelb und Grün erzeugt werden, wodurch ihre R_f-Werte festgelegt werden. Es konnten so in der Rinde von Aesculus turbinata Bl. die einzelnen Cumarine Aesculin und Aesculetin neben Fraxin und Fraxetin unter ultraviolettem Licht gut erkannt werden. H. ZELLNER.

Die papierchromatographische Analyse der Vitamine behandelt G. SCHOEN[2] an Hand der einschlägigen Literatur (44 Zitate). Die Ergebnisse sind in Tabellen so zusammengefaßt, daß man sich leicht über die einzelnen Methoden und die nach diesen erhaltenen R_f-Werte orientieren kann. H. FREYTAG.

Die vollständige qualitative Analyse von Eiweißhydrolysaten gelingt nach R. R. REDFIELD[3] in kurzer Zeit und zuverlässig, wenn auf einem kleinen (13,75 × 14,5 cm) Papierbogen von S & S 507 zweidimensional chromatographiert wird. Wird 1 μl der Probelösung als Startfleck von höchstens 0,5 cm Durchmesser aufgebracht, dann mit Ammoniak bedämpft und anschließend entweder nach S. P. DATTA, C. E. DENT und H. HARRIS[4] oder nach dem üblichen Aufstiegverfahren mit Methanol-Wasser-Pyridin (80:20:4) entwickelt, so ist dieser erste Teil der Trennung in 2 bis 3 Std beendet. Nach 15 min langem Trocknen bei Raumtemperatur wird nach R. A. BOISSONNAS[5] mit tert.-Butanol-Methyläthylketon-Wasser-Diäthylamin (40:40:20:4) $2\frac{1}{2}$—5 Std in zweiter Dimension entwickelt. Verwendet man in erster Stufe Methanol-Wasser-Pyridin im Verhältnis 60:20:20, dann in zweiter n-Propanol-Wasser-Diäthylamin wie 85:15:2 (bis 4), so ist die Wanderung der Flecken noch unterschiedlicher. Im letzten Fall werden allerdings Leucin und Isoleucin sowie Threonin und Tryptophan nicht getrennt. — Vor dem Besprühen mit Ninhydrin müssen die Chromatogramme frei hängend 5—8 min mit Wasserdampf bedämpft werden, um adsorbiertes Diäthylamin zu beseitigen. Die Probelösung wird vor der Chromatographie auf Nalcite (Sulfonatharz) gegeben, aus dem die Aminosäuren mit n Ammoniaklösung verdrängt werden, so daß eine weitgehend salzfreie Ausgangslösung zur Verfügung steht. Im allgemeinen sind 0,005 μMol noch gut als Flecke erkennbar. K. CRUSE.

Mit der Alkaloidbestimmung in Tinctura Ipecacuanhae nach der *chromatographischen Adsorptionsanalyse* von K. W. MERZ und R. FRANCK[6] hat sich A. J. H. SCHOTMAN[7] beschäftigt. Danach wird an Aluminiumoxyd. rein. wasserfrei, (Merck) adsorbiert und mit 70%igem Alkohol eluiert. Bei Verwendung anderer Aluminiumoxydpräparate ist erst in Vorversuchen die Adsorptionsaktivität und etwaige

[1] J. pharmac. Soc. Japan **73**, 831—833 (1953) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Kochi Univ. (Japan).

[2] Acta vitaminol. (Mailand) **7**, 151—167 (1953). Lab. della Lepetit S. p. A., Mailand (Italien).

[3] Biochim. Biophysica Acta (Amsterdam) **10**, 344—345 (1953). Nation. Heart. Inst., Bethesda, Md. (USA).

[4] Science **112**, 621 (1950).

[5] Helv. chim. Acta **33**, 1966 (1950); vgl. auch diese Z. **140**, 289 (1953).

[6] Arch. Pharmaz. Ber. dtsch. pharmaz. Ges. **275**, 345 (1937).

[7] Pharmac. Weekbl. **88**, 769—776 (1953) [Holländisch]. Rijks-Univ. Utrecht (Holland).

Alkalität zu ermitteln und mit einem entsprechenden Faktor zu berücksichtigen. Man titriert im Eluat mit 0,1 n Salzsäure. Die Übereinstimmung der nach diesem Verfahren erhaltenen Werte mit den nach der Extraktionsmethode gefundenen ist befriedigend, wenn auch im allgemeinen mit dem letzten Verfahren etwas niedrigere Werte erhalten werden. L. Acker.

Ein adsorptionsanalytisches Verfahren zur quantitativen Bestimmung von Tropa-Alkaloiden wird von C. O. Björling und A. Berggren[1] beschrieben. Dabei werden die tertiären und quaternären Alkaloide an einem synthetischen Silicat vom Permutittypus adsorbiert und nach dem Auswaschen der Begleitstoffe mit verdünnter Salzsäure oder Essigsäure (bei Pflanzenextrakten) eluiert. Die Bestimmung der Alkaloide im Eluat erfolgt dann spektrophotometrisch. — *Ausführung. Decalso F* (Permutit Company, Gunnersbury Av., London, W. 4.) wird durch abwechselndes Waschen mit Kaliumchloridlösung und Essigsäure aktiviert[2]. Nach dem Trocknen wird der Staub durch Absieben entfernt. Verunreinigungen durch Eisen, das bei der spektrophotometrischen Bestimmung stört, müssen durch wiederholtes Waschen beseitigt werden. *A. Makromethode.* Eine Suspension von 2,5—3 g Decalso in Wasser, die zuvor zur Austreibung der Luft erwärmt worden ist, wird in ein 7—8 mm weites Rohr gegeben. Nach dem Ablassen des überschüssigen Wassers wäscht man einmal nach und gibt die wäßrige Lösung von etwa 15 mg der Alkaloidsalze auf die Säule. Man läßt sie Lösung abfließen (1—2 ml/min), wascht mit Wasser nach und eluiert mit 0,2 n Salzsäure. Je 20 ml des Eluats werden in zwei 25 ml-Kolben aufgefangen, mit je 1,5 ml 5 n Natronlauge versetzt und 10—15 min auf dem Wasserbad erwärmt. Dann löst man den entstandenen Niederschlag durch Zugabe von je 2 ml 5 n Salzsäure auf, füllt nach dem Abkühlen auf 25 ml auf und mißt die Extinktion bei 254,0, 257,5 und 261,5 mμ[3]. Wenn ätherische Lösungen der Alkaloidbasen verarbeitet werden, wäscht man die Säule vor der Adsorption mit Äther. Gewöhnlich findet sich das gesamte Alkaloid im ersten Eluat. — *B. Mikromethode.* Man verfährt wie oben unter Anwendung folgender Mengen: 0,25—0,30 g Decalso, 4—5 mm-Rohr; 1,5 mg Akaloid, Elution mit 0,2 n Salzsäure (0,5 ml/min), Sammeln von je 4 ml Eluat in zwei 5 ml-Kolben; Zusatz von je 0,3 ml 5 n Natronlauge, Hydrolyse wie oben, Zusatz von je 0,4 ml 5 n Salzsäure, Auffüllen auf 5 ml, Extinktionsmessung in 2 cm-Küvetten. Weitere Einzelheiten über die Anwendung dieser Methode zur Untersuchung pharmazeutischer Zubereitungen mögen im Original nachgelesen werden.

In Fortsetzung der vorstehenden Versuche über die Adsorption der *Tropa-Alkaloide* an *synthetischem Zeolith (Decalso)* stellten A. Berggren und C. O. Björling[4] weitere systematische Untersuchungen an. Diese ergaben, daß auch andere Alkaloide an Decalso quantitativ adsorbiert werden und mit mäßig starken Lösungen von Säuren oder Salzen eluiert werden können. Zu diesen Alkaloiden gehören *Morphinhydrochlorid, Codeinphosphat, Papaverinhydrochlorid, Berberinsulfat, Hydrastininhydrochlorid, Neostigminbromid, d-Tubocurarinchlorid* und *d, l-α-(4-Oxyphenyl)-β-methylaminoäthanoltartrat.* Da tertiäre und quaternäre Basen dabei keinen Unterschied zeigen, halten die Verf. das Verfahren für alle stickstoffhaltigen Basen geeignet. — *Arbeitsweise.* Eine wäßrige Lösung des Alkaloidsalzes wird auf eine

[1] J. Pharmacy Pharmacol. **5**, 169—178 (1953). Pharmacia Ltd., Uppsala (Schweden).

[2] Vitamin Assay, Sci. Edit., S. 113. New York 1951.

[3] Berggren, A., und Nordberg: Farmac. Revy **51**, 177 (1952).

[4] J. Pharmacy Pharmacol. **5**, 615—619 (1953). Lab. Pharmacia, Ltd., Uppsala (Schweden).

Kolonne aus aktiviertem Decalso gegeben. Auf 0,7 5,0 mg Substanz kommen 0,25 0,6 g Decalso, entsprechend 5 20 Mikroäquiv. auf 1 g Decalso. Man wäscht mit beliebig viel Wasser und eluiert dann die Base mit einer ausreichenden Menge von 0,2 n Salz-, 0,2 n Schwefel-, 0,2 n Essigsäure oder mit einer 25%igen Lösung von Kalium- oder Natriumchlorid. Im Eluat wird das Alkaloid mittels einer geeigneten Methode bestimmt, z. B. UV-spektrophotometrisch.

Eine chromatographische Methode zur Bestimmung des Morphins (I) in Opium wird von H. Böhme und R. Strohecker[1] angegeben. Dabei wird zunächst die wäßrige Opiumlösung durch Filtration über eine Säule aus Al_2O_3 („Woelm, sauer") von organischen Säureresten und neutralen Begleitstoffen befreit. Der in Methanol gelöste Trockenrückstand des Filtrats wird auf eine Säule von Al_2O_3 („Woelm, basisch") gegeben, wobei I fixiert bleibt. Anschließend wird I mit n Essigsäure eluiert und aus dem ammoniakalisch gemachten Eluat zur weiteren Reinigung mit n-Butanol—Chloroform oder Amylalkohol—Chloroform ausgeschüttelt. Dem organischen Lösungsmittel wird I mit 10%iger Essigsäure entzogen, als Reineckat gefällt und gewogen. Die Methode, die nur 0,2 g Opium erfordert, ist nach Angabe der Verf. zeitraubender als die Mannich-Methode, eignet sich jedoch besser als diese für die Untersuchung von Opiumsorten, die von der Arzneibuchnorm abweichen.

H. Sperlich.

Über die chromatographische Trennung leicht verdampfender organischer Gemische (Gaschromatographie) an Holzkohle berichten J. Griffiths, D. James und C. Phillips[2]. Es wird auf dem Verfahren von C. S. G. Phillips[3] aufgebaut, d. h. nach Adsorption der Dämpfe eines Gemischs (0,1 g) an *Holzkohle* wird eine Verdrängungsanalyse durch Überleiten einer stärker adsorbierbaren Substanz mit Stickstoff ausgeführt, wobei die Verdrängung durch laufende Messung der Wärmeleitfähigkeit des austretenden Gasgemischs kontrolliert wird. Die Größe der Wärmeleitfähigkeit zeigt die Substanz, der Zeitraum, über die sie beobachtet wird, deren Menge an. Substanzen, die zwischen —100 und +100° C sieden, können so an Holzkohle bei Raumtemperatur mit einer 1%igen Genauigkeit getrennt werden. Erhöht man die Temperatur der Kohleschicht auf 100°, so können auch bis zu 210° C siedende Substanzen getrennt werden. — Mit Brombenzol als Verdränger wurden getrennt: *Benzol-Toluol, Benzol-Chlorbenzol, Toluol-Chlorbenzol, Toluol-o-Xylol, Benzol-Pyridin, Cyclohexan-Pyridin, Benzol-Toluol-o-Xylol, Cyclohexan-Pyridin-Chlorbenzol, Benzol-Toluol-Chlorbenzol, Äthyl- und Butylacetat, Propyl- und Butylacetat, Pentan-Benzol*, ferner ein *Gemisch von Wasser, Isopentan, n-Pentan, n-Hexan, Benzol, n-Heptan, Toluol* und *Chlorbenzol*, sowie von *Wasser, Äther, Chloroform, Äthylacetat, Thiophen, Dioxan, Pyridin, Butylacetat und Chlorbenzol*. Sogar die *Trennung von Butan-2-on, Cyclohexan, Benzol und Tetrachlorkohlenstoff* gelingt, trotzdem ihre Siedepunkte sehr benachbart liegen. — Die Genauigkeit ist nur durch die der Leitfähigkeitsmessung begrenzt. Isomere werden besser an Silicagel getrennt. Gewisse Trennungen werden auch erleichtert, wenn die Korngröße verkleinert und entsprechend sorgfältig gepackt wird, was im übrigen nicht erforderlich ist. Unter Bedingungen, bei denen die Adsorptionsisothermen linear werden, ist die Verdrängungsanalyse weniger wirksam als die Elutionsanalyse nach A. T. James und A. J. P. Martin[4]. Nach dieser verteilungschromatographischen Trennung lassen sich auch *isomere Hexane und Heptane* sehr gut trennen, wenn

[1] Arzneimittel-Forsch. **3**, 468—470 (1953). Univ. Marburg.

[2] Analyst (London) **77**, 897—904 (1952). Inorgan. Chemistry Lab., Oxford (England).

[3] Discuss. Faraday Soc. No. **7**, 241 (1949).

[4] Biochem. J. **50**, 679 (1952); vgl. das folg. Ref.

Trikresylphosphat als nicht bewegliche Phase verwendet wird, wie überhaupt nach diesem Verfahren durch entsprechende Variationen der nicht beweglichen Phase größere Trennmöglichkeiten erzielt werden. Bei großen Unterschieden der Siedepunkte wird die Trennwirkung eindrucksvoll verbessert, wenn die Trennsäule nicht auf konstanter Temperatur gehalten wird, sondern während der Trennung einem konstanten Temperaturgefälle unterliegt. (*Trennung von Isopropylchlorid, n-Butylchlorid, Chloroform und Äthylenchlorid.*)

An Stelle der Wärmeleitfähigkeitsmessung wird neuerdings die Verdrängung an dem Druckunterschied verfolgt, der an einer Drossel (Capillare, Düse) von der Gaszusammensetzung abhängt. Die empfindlichste Indizierung wurde bisher durch Beobachten des Oberflächenpotentials erzielt, ein Verfahren von PHILLIPS[1], das gleichzeitig außerordentlich selektiv ist. Auf die Beobachtung des Verdrängungsvorgangs durch Messen der DK-Änderungen der spezifischen Wärme der Gase bzw. deren Adsorptionswärme wird hingewiesen.

A. T. JAMES und A. J. P. MARTIN[2] haben in Fortsetzung früherer Arbeiten von A. J. P. MARTIN und R. L. M. SYNGE[3] die *verteilungschromatographische Trennung und Mikrobestimmung flüchtiger Fettsäuredämpfe* von C_1 bis C_{12} an einer *Kieselgursäule* beschrieben. — Zur Trennung werden 120 cm lange und 4 mm weite Säulen aus Kieselgur gestopft (*Celit 545* der ICI), das durch Schwemmen mit Wasser von feinen Anteilen befreit ist (es werden nur Teilchen verwendet die sich schneller als in 3 min absetzen), 3 Std auf 300° C erhitzt wurde, dann mit konz. Salzsäure gewaschen ist und nach sorgfältigem Nachwaschen mit Wasser bei 145° C getrocknet ist. Angerührt wird mit DC 550-Silicon (0,5 g je Gramm Kieselgur), dem 10% Stearinsaure zugesetzt sind. Die Säule wird in einem Heizmantel auf eine derartige Temperatur gebracht, daß der Sättigungsdampfdruck der zu analysierenden Säuren zwischen 10 und 1000 mm Hg beträgt (100° C für Ameisensäure bis Valeriansäure, 137° C — siedende Cellosolve — bis zur Dodekansäure). Die wasserfreie Säureprobe (maximal 1 mg jeder niederen Fettsäure) wird mittels Mikrobürette aufgebracht, die Säule wird in den Heizmantel eingesetzt und an einen durch Manostat genau regelbaren Stickstoffstrom angeschlossen. Das Ende der Säule, die sich in waagerechter Lage befindet, ist mittels Dichtung an eine Titrationszelle angeschlossen, die als Vorlage 8 ml Wasser, mit Phenolrot als Indicator, enthält. Die beim Durchströmen des Stickstoffs in die Titrierzelle hineingeführten Säuren werden laufend mit 0,038 n Natronlauge titriert, deren Zugabe aus einer, in der Konstruktion genau beschriebenen, registrierenden Bürette erfolgt und deren Schreiber je 3 μg-Äquivalent eine Strecke von 1 cm anzeigt. Der Neutralpunkt wird photoelektrisch, an den Schreiber gekoppelt, angezeigt, so daß automatisch Stufenkurven erhalten werden (Äquivalente gegen die Zeit, in der die Äquivalente eluiert wurden), von denen eine als Beispiel in Abb. 1 (S. 450) wiedergegeben ist und deren Differential die bekannten Chromatogramme mit Elutionsspitzen liefern.

Als Ergebnis einer Reihe von Trennungen und als Beitrag zur Theorie dieser Verteilungschromatographie in gasförmig-flüssigen Phasen, die ebenfalls behandelt ist, wird festgestellt, daß bei den angegebenen Versuchsbedingungen der Partialdruck der zu trennenden Substanzen, der vernachlässigt wird, auch keine Unschärfen der Trennstufen bewirkt, da er stets unter 5 mm Hg liegt. Bei Gültigkeit des HENRYschen Verteilungssatzes ist die Trennwirkung von der Konzentration (hier also von der Strömungsgeschwindigkeit des Stickstoffs, die zwischen 15 und 50 ml/min gehalten ist bei N_2-Drucken zwischen 0,3 und 1 Atm.) unabhängig. Dimerisationen setzen die Trennwirkung herab, ein Effekt, der durch den Zusatz

[1] J. sci. Instruments **28**, 342 (1951).

[2] Biochemic. J. **50**, 679—690 (1952). Nat. Inst. Med. Res., Mill Hill, London.

[3] Biochemic. J. **35**, 1358 (1941).

von Stearinsäure zur flüssigen Phase so verringert wird, daß z. B. α-Methylbuttersäure als Verunreinigung von Isovaleriansäure festgestellt werden konnte[1]. Liegt die Konzentration der Säure nicht im linearen Teil der Adsorptionsisotherme, so treten ebenfalls leicht unsymmetrische Stufen auf, die Trennwirkung ist dann also auch herabgesetzt. Hier kann ein Zusatz von Phosphorsäure abhelfen, die auch von vornherein durch Behandeln der Kieselgur mit 1%iger Phosphorsäurelösung vor

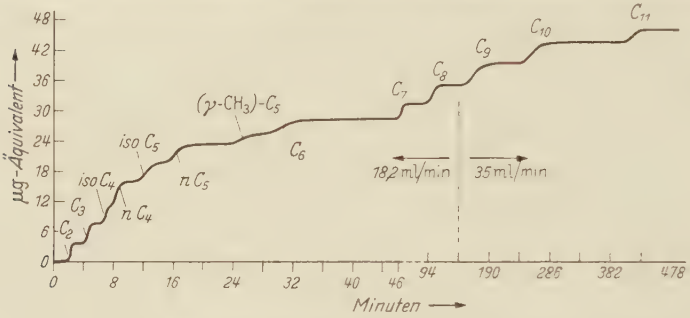


Abb. 1. Verteilungschromatographische Stufenkurve nach JAMES und MARTIN.

dem Trocknen in die Säule eingebaut werden kann. — Um z. B. auch n-Buttersäure, α, α-Dimethylpropionsäuren, Isovaleriansäure und α-Methylbuttersäuren von einander zu trennen, sind längere Säulen erforderlich, d. h. es werden z. B. drei 120 cm-Säulen entsprechend verbunden in den Heizmantel eingesetzt.

Die Trennungen sind so gut reproduzierbar, daß auch bei verschiedenen Strömungsgeschwindigkeiten das Retentionsvolumen (Tab. 1) in der Regel nur um etwa

Tabelle 1. *Retentionsvolumen von Fettsäuren, bezogen auf das der n-Buttersäure an Silicon-Stearinsäuresäulen.*

Säure	Retentionsvolumen bei einer Säulentemperatur von 100° C	137° C
Ameisensäure	0,076	—
Essigsäure	0,20	0,26
Propionsäure	0,47	0,54
Isobuttersäure	0,77	0,81
n-Buttersäure	1,0	1,0
α, α-Dimethylpropionsäure	1,15	—
Isovaleriansäure	1,51	1,48
α-Methylbuttersäure	1,70	—
n-Valeriansäure	2,17	1,91
α-Methylvaleriansäure	—	2,94
Hexansäure	—	3,58
Heptansäure	—	6,55
Oktansäure	—	12,0
Nonansäure	—	22,0
Dekansäure	—	40,5
Undekansäure	—	72,8
Dodekansäure	—	138,5

[1] Zwecks Entfernung von niedermolekularen Verunreinigungen der Stearinsäure wird am besten bei einer um etwa 50° C höheren Temperatur vorchromatographiert.

5% variiert und zur Identifizierung der Säuren dienen kann. Die Analyse ist nur durch den Titrationsfehler in ihrer Genauigkeit begrenzt. Liegen die Säuren als Natriumsalze in wäßriger Lösung vor, so wird diese Lösung (30 μl) in einer Mikrobürette mit 60%iger Phosphorsäure geschüttelt und auf eine Mikrosäule gegeben, die mit Kieselgur und im unteren Teil mit wasserfreiem Natriumsulfat gefüllt ist. Mit 0,6 ml Äther werden die Säuren dann aus der Säule mit Druck eluiert, der Äther wird gelinde erwärmt und durch die Chromatographiersäule abgesaugt, zuletzt wird stärker erhitzt, so daß auch die Säuren verdampfen, in die Säule eingesaugt werden (15 min) und dort kondensieren.

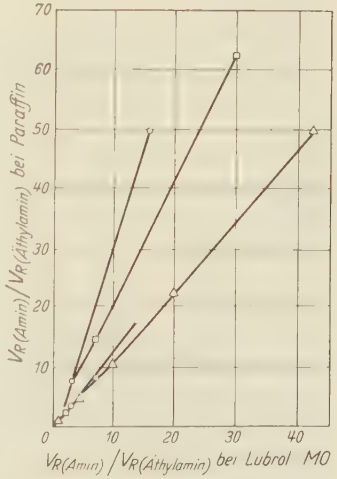
An anderer Stelle[1] wird außerdem auch über die Trennung von flüchtigen Basen berichtet, die bei Verwendung von wasserstoffbindenden und nicht wasserstoffbindenden stationären Phasen an 120 cm-Säulen bei verschiedenartigsten Gemischen

Tabelle 2.

Gemisch aus	stationäre Phase	Temperatur ° C
Ammoniak, Mono-, Di- u. Trimethylamine	Undekanol mit 15% flüss. Paraffin	78,6
Ammoniak, Mono- u. Dimethylamine	Undekanol mit 50% flüss. Paraffin	78,6
Ammoniak, Mono- u. Trimethylamine	„	
Ammoniak, Di- u. Trimethylamine. .	Undekanol	78,6
Mono-, Di- u. Trimethylamine. . . .	Glycerin	100

gelingt, wenn nur entsprechend mit Säure titriert wird. Z. B. werden zur *Abtrennung von 3 Aminen aus Gemischen von 4 Aminen* die in der 2. Spalte der Tabelle 2 angeführten stationären Phasen empfohlen.

Mit flüssigem Paraffin als stationärer Phase können sehr viele primäre, sekundäre und tertiäre aliphatische Amine leicht in Mengen von 0,3 bis zu 10 μg-Äquiv. getrennt werden (Strömungsgeschwindigkeiten unter 5 ml/min). Ähnlich erfolgreich läßt sich „Lubrol MO", ein Kondensat aus Polyäthylenoxyd und langkettigem Alkohol, als stationäre Phase verwenden, an der nicht nur Amine sondern auch Pyridinhomologe getrennt werden. Als Retentionsvolumina werden zur Identifizierung angegeben (Tab. 3, S. 452).



—△— Primäre gradkettige Amine.
—○— Primäre Amine mit *Iso*-Konfiguration.
—○— Sekundäre Amine (gradlinig).
—○— Tertiäre Amine (gradlinig).

Abb. 2. Vergleich der Retentionsvolumina von Aminen bei flüss. Paraffin und bei Lubrol MO als stationärer Phase.

[1] James, A. T., and A. J. P. Martin: Analyst (London) **77**, 915—932 (1952). Nat. Inst. Med. Res., Mill Hill, London.

Tabelle 3.

Amin	Retentionsvolumen bezogen auf Äthylamin, stationäre Phase: Paraffin	Retentionsvolumen bezogen auf Äthylamin, stationäre Phase: Lubrol MO	Pyridin, stationäre Phase: Silicon DC 550
Methylamin	0,61	0,68*	
Dimethylamin	0,93*	0,81	
Äthylamin	1,0 *	1,0	
Trimethylamin	1,17	0,67*	
Isopropylamin	1,49	1,42	
n-Propylamin	2,20	2,10*	
Diäthylamin	3,25*	2,10*	
sek.-Butylamin	3,57*	2,8 *	
Isobutylamin	3,70*	3,1 *	
Äthylendiamin	4,65*	15,5	
n-Butylamin	4,7 *	4,4	
Morpholin	4,7	15.1	
Di-Isopropylamin	6,8	3,00*	
Triäthylamin	8,6 *	3,1 *	
Isoamylamin	8.8 *	7,3 *	
n-Amylamin	10,5	9,7	
Di-n-Propylamin	13,2	7,2 *	
Isohexylamin	17,8	13,8	
n-Hexylamin	22,6	19,6	
Di-sek.-Butylamin	27,6 *	9,74*	
Cyclohexylamin	28,4 *	25,9	
Di-Isobutylamin	30,4 *	10,9 *	
n-Heptylamin	49,5 *	40,05*	
Tri-n-Propylamin	49,6 *	15,1	
Di-n-Butylamin	62,1	27,6	
Tri-n-Butylamin		85,5	
α-Picolin	1,75	1,50	1,39
β-Picolin	2,4	2,3	2,3
γ-Picolin	2,31	2,34	2,24
2,6-Lutidin	2,80	2,15	1,94
2,4-Lutidin	4,00	3,40	2,82
2,4,6-Collidin	6,35	4,85	4,30

* An 120 cm-Säule nicht vollkommen trennbar.

Diese relativen Werte sind nicht allein bei den flüchtigen Fettsäuren (bei n- und iso-Verbindungen in getrennten parallelen Reihen) der Zahl der C-Atome proportional; der Logarithmus der auf Äthylamin bezogenen Retentionsvolumina der Amine ist ebenfalls der Zahl der C-Atome proportional innerhalb homologer Reihen der primären geradlinigen, der primären verzweigten, der sekundären und der tertiären Amine.

Der Einfluß der Wasserstoffbrückenbindung auf die Trennung geht besonders deutlich aus der Abb. 2 (S. 451) hervor, auf die hier im einzelnen nicht eingegangen werden kann. K. Cruse.

J. JANÁK[1] beschreibt in einer Reihe von Abhandlungen die theoretischen Grundlagen und verschiedene praktische Anwendungen der *chromatographischen Halbmikroanalyse von Gasen*. Das zu untersuchende Gasgemenge wird mit Hilfe von Kohlendioxyd als Trägergas durch eine chromatographische Säule geleitet, die trockene Aktivkohle oder Silicagel als Adsorbenten enthält. Es entwickelt sich ein Chromatogramm und bei weiterem Durchleiten von CO_2 werden die einzelnen Bestandteile des Gasgemenges nacheinander in scharf abgegrenzten Zeitabschnitten eluiert. Sie können getrennt über Kalilauge aufgefangen, gemessen und eventuell chemisch untersucht werden. Die mathematischen Beziehungen zwischen der Adsorptionsenergie der Gase und der Menge des Trägergases ermöglichen die Berechnung der günstigsten Beschaffenheit und Ausmaße der Adsorptionskolonnen für die Trennung

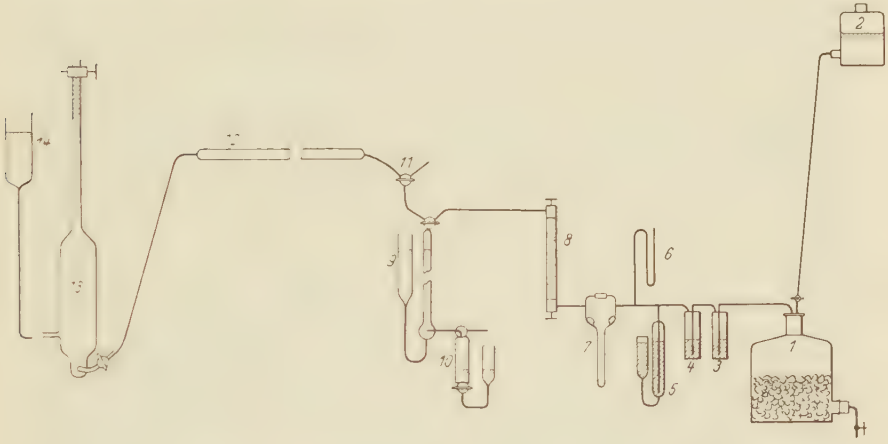


Abb. 3. Schema der Chromatographie von Gasen nach JANÁK.

beliebiger Gasgemische[2]. Im einzelnen werden der Einfluß der Geschwindigkeit des Trägergases, der Länge und Art der chromatographischen Säule, der Menge der Gasprobe, der Temperatur und der Körnung des Adsorbenten auf den Verlauf der chromatographischen Trennung untersucht. Bisher wurden folgende Gase voneinander getrennt: H_2, $O_2 - N_2$, CO, CH_4, C_2H_6, C_3H_8, *Butan + Isobutan*, C_5H_{12}, C_2H_4, C_2H_2, *Helium — Neon und Argon*. Die untersuchten Gemenge enthielten 2—9 Gasbestandteile. Als Anwendungsbeispiele werden die *Untersuchung von Erdgas, die Bestimmung von CH_4 in Grubenluft und die Analyse von Wassergas* beschrieben. Für eine Analyse werden 1—3 ml Gas benötigt, die Analysendauer beträgt 5 bis 30 min, die Genauigkeit 0,3—0,5%. Das Verfahren ist nicht anwendbar für saure Gase, dann für Gase, welche sich in Kalilauge lösen oder damit reagieren, und schließlich für Gase, deren Reaktion der Adsorbent katalysiert. — Die zur Analyse dienende Apparatur ist in Abb. 3 schematisch dargestellt. Das 5 Liter-Gefäß 1 ist mit Marmor gefüllt, den man durch Auskochen mit Wasser luftfrei gemacht hat. Die mit Salzsäure aus 2 entwickelte Kohlensäure wird mit konz. $NaHCO_3$-Lösung und konz. Schwefelsäure in 3 und 4 von HCl und Wasser befreit. In dem mit Queck-

[1] Chem. Listy **47**, 464—467, 817—827, 828—836, 837—841 (1953) [Tschechisch]. Naphtaforschungsanst. Brünn.

[2] Vgl. dazu CREMER, E., und F. PRIOR: Z. Elektrochem. **55**, 66 (1951). — CREMER, E., und R. MÜLLER: Z. Elektrochem. **55**, 217 (1951).

silber gefüllten Druckregulator 5 erhält das Gas einen konstanten Überdruck (100 mm), der im Manometer 6 gemessen wird. Den mit Wasser gefüllten Strömungsmesser 7 stellt man auf eine Gasgeschwindigkeit von 0,7 ml sec ein. Nachdem das Gas im $CaCl_2$-Turm 8 getrocknet wurde, gelangt es in die chromatographische Säule 12, deren Ausmaße so gewählt werden, daß bei gegebener Temperatur die optimalen Trennungsbedingungen erreicht werden (Berechnung im Orig. Für die Untersuchung von Erdgas dient z. B. eine Säule von 5,1 mm Weite, 222 mm Länge und 4,5 ml Inhalt.) Die Adsorbenten werden in der Körnung 0,25—1 mm angewendet. Die Aktivkohle (Supersorbon-Hruschau) wird 3 Std bei 120° C getrocknet, Silicagel aktiviert man 5 Std bei 180° C. Das zu analysierende Gas füllt man von unten her in das Gefäß 10 und saugt von hier bei gesenktem Niveaugefäß 1—3 ml in die Bürette 9, wo die Gasmenge genau gemessen wird. Die Temperatur wird gleichzeitig notiert. Wenn die Luft aus der Apparatur verdrängt ist (im Azotometer 13 nur Mikroblasen auftreten), drückt man das gemessene Gas auf einmal durch den Dreiweghahn in das Trägergas. Es entwickelt sich das Chromatogramm, und die einzelnen Gasbestandteile verlassen die Adsorptionssäule nacheinander. Im Azotometer erfolgt eine andauernde zeitliche Änderung der Gasmengen, die man getrennt in angeschlossene Meßbüretten überführen kann. Man liest wieder die einzelnen Volumina ab und notiert die Temperatur. Unter Berücksichtigung des gesondert bestimmten Blindwertes werden die Volumina auf Normalbedingungen reduziert.

J. Janák und Iva Páralová[1] verwenden das früher beschriebene Verfahren[2] zur *Bestimmung von in Wasser gelösten indifferenten Gasen*, indem sie diese durch CO_2 bei normaler oder höherer Temperatur aus der Lösung austreiben, über starker Kalilauge auffangen und dann wie beschrieben der Bestimmung zuführen[2]. — Die Probenahme muß zur Vermeidung von Gasverlusten in besonderen Gefäßen erfolgen bei stark gashaltigen Wässern in Druckpipetten. — Die Methode ist als Hilfsmittel zu Forschungen auf dem Gebiet des Erdöls, zur Untersuchung von Trink-, Mineralwässern und kohlenwasserstoffhaltigen Tiefenwässern geeignet. Ebenso kann man damit die Waschprozesse in Gaswerken kontrollieren. – Für indifferente Gase, die in Kalilauge praktisch unlöslich sind, wie H_2, N_2, O_2 und die Grenzkohlenwasserstoffe erzielt man dabei Genauigkeiten von ± 0,2—0,5 ml bei einem Gasgehalt von 10—40 ml/l Lösung, chemisch aktive Gase wie CO_2, H_2S oder NH_3 bestimmt man nach den bisher üblichen Methoden.

J. Janák[3] macht in einer neuen Mitteilung Angaben über die Anwendung der vorstehend beschriebenen *chromatographischen Gastrennung* zur *Analyse von gasförmigen Paraffinen*. An Aktivkohle findet man beim Eluieren mit CO_2 bei C_3- und C_4-Kohlenwasserstoffen so große Zonen für die einzelnen Bestandteile, daß bei höheren Gehalten teilweise Überschneidung eintritt. Silicagel ist für diese Trennungen geeigneter, da weniger Trägergas notwendig ist und der Fehler dadurch geringer wird. An Silicagel ist aber die Trennung der leichteren Kohlenwasserstoffe sowie der Begleitgase schwieriger, weshalb man vorteilhaft eine Apparatur verwendet, die die wahlweise Verwendung eines der beiden Adsorbenzien und auch das Arbeiten bei verschiedenen Temperaturen gestattet. Die Analysenergebnisse zeigen bei den in kleinen Anteilen vorhandenen Gemischpartnern etwas zu niedrige, bei den Hauptbestandteilen etwas zu hohe Werte im Vergleich mit anderen Analysenmethoden. J. Janák und M. Rusek[4] trennen *ungesättigte C_2- und C_3-Kohlenwasserstoffe*.

[1] Chem. Listy **47**, 1476—1480 (1953) [Tschechisch].
[2] Vgl. das vorst. Referat.
[3] Chem. Listy **47**, 1184—1189 (1953) [Tschechisch].
[4] Chem. Listy **47**, 1190—1196 (1953) [Tschechisch].

Während an Aktivkohle das zur Elution notwendige Trägergasvolumen mit der Sättigung der Kohlenwasserstoffe steigt, Acetylen also vor Äthylen und Äthan eluiert wird, ist das bei Adsorption an Silicagel infolge anderer Oberflächenkräfte umgekehrt. Bei der Analyse bei 20° oder 80° C beobachtet man manchmal Volumkontraktionen, als deren wahrscheinliche Ursache Polymerisation angesehen wird. *Methan, Äthan, Äthylen und Propylen* sind gut zu unterscheiden, *Acetylen* liegt sehr nahe bei *Propan* und dieses überschneidet sich mit *n-Butan*. *Propylen und Butan* sind an Aktivkohle schwer trennbar. *Acetylen* und *Methylacetylen* kann man an beiden Adsorptionsmitteln (Silicagel und Aktivkohle) trennen. Zur Erleichterung der Desorption durch Erhitzen wird eine elektrische Heizanlage empfohlen, die auf Temperaturen zwischen 100 und 250° C einzustellen ist und an der Säule verschoben werden kann. Die dadurch erreichte bessere Trennungsmöglichkeit gestattet, *Äthylen, Acetylen, Propylen, Butan, Äthan, Propan und Methylacetylen* allein oder in Gemischen auf ± 1,5% genau zu erfassen. Weitere Einzelheiten der ausführlichen Arbeiten sind im Original einzusehen. H. Kurtenacker.

Komplexometrische Titrationen (Chelatometrie). *Über neue Möglichkeiten der Anwendung* berichtet R. Přibil[1]. Nach Besprechung der bekannten Grundlagen und der bisherigen Anwendungen der komplexometrischen Titrationen werden 4 Wege zu ihrer Weiterentwicklung bei der Analyse von Metallgemischen angegeben, nämlich a) Bestimmung der Kationen bei verschiedenen p_H-Werten der Lösung, b) Entfernung einzelner Kationen durch Fällung, Extraktion und dergleichen, c) Selektive Maskierung und Demaskierung der Elemente, d) Anwendung neuer „selektiver Komplexone" als volumetrische Reagenzien. — Nach (a) sind nicht viel neue Methoden zu erwarten, einzelne hierhergehörende Verfahren sind bereits beschrieben[2]. „Spezifische Komplexone" nach (d) sind bisher nicht bekannt, doch hofft der Verf. auf Grund von Vorversuchen, daß auch auf diesem Wege gewisse Probleme sich würden lösen lassen. Für die unter (b) und (c) angegebenen Wege werden einzelne Anwendungsbeispiele beschrieben: Das beste Maskierungsmittel für viele Metalle ist Cyanid, einzelne komplexe Cyanide (von Ag, Hg, Cu, Ni, Co) sind sehr beständig, andere (Cd, Zn) können mit Chloralhydrat demaskiert werden (das gewisse Vorzüge vor dem ähnlich reagierenden Formaldehyd hat). Das an Komplexon gebundene 2wertige Mangan geht zum Unterschied von den genannten Metallen mit KCN nicht in das Cyanid über. *Mangan und Zink* können also nebeneinander bestimmt werden, indem man zu der schwach sauren Lösung eine bekannte Menge 0,1 m Komplexonlösung zufügt, mit Pufferlösung (54 g NH_4Cl + 350 ml 25%iges Ammoniak im Liter) alkalisch macht und den Komplexonüberschuß mit Magnesiumsulfatlösung und Eriochromschwarz T als Indicator zurücktitriert (Summe Mn + Zn). Nach der Titration fügt man eine ausreichende Menge KCN zu, wobei die weinrote Farbe der Lösung in Reinblau übergeht, läßt 5 min stehen und titriert dann das nach der Gleichung: $ZnY^{2-} + 4CN^- + 2H_2O = Zn(CN)_4^{2-} + H_2Y^{2-} + 2OH^-$ neu frei gewordene Komplexon mit Magnesiumsulfatlösung. *Zur Bestimmung von Zink neben Nickel, Kobalt oder Kupfer* versetzt man die neutrale Lösung mit Kaliumcyanidlösung und Pufferlösung. Hierauf fügt man gesättigte Chlorallösung zu und titriert nach einigen Minuten das frei gewordene Zink mit Komplexonlösung. In einem zweiten Teil der ursprünglichen Probe bestimmt man die Summe der beiden Metalle durch Rücktitration von zugesetztem Komplexonüberschuß mit $MgSO_4$-Lösung. — Weitere Metalltrennungen, die ähnlich durchgeführt werden können,

[1] Chem. Listy **47**, 1173—1183 (1953) [Tschechisch]. Coll. czechoslov. chem. Commun. **18**, 783 (1953). Forsch.-Inst. f. Pharm. u. Biochem., Prag.

[2] Přibil, R., Z. Koudela u. B. Matyska, Chem. Listy **44**, 222 (1950) Collect. czechoslov. chem. Commun. **16**, 80 (1951); vgl. diese Z. **135**, 360 (1952).

sind *Cd-Ni*, *Cd-Cu*, *Cd-Co*, *Zn-Ni-Mg*. — Selektive Fällung wird bei folgenden Bestimmungen angewendet: *Bestimmung von Cd oder Zn neben Bi*. In einem Teil der Lösung bestimmt man die Summe der beiden Metalle durch Zugabe eines Komplexonüberschusses und Rücktitration mit $MgSO_4$-Lösung. In einem zweiten Teil der Probe fällt man Bi durch starkes Verdünnen als BiOCl und bestimmt Zn (oder Cd) nach Zusatz von Pufferlösung durch direkte Titration mit Komplexonlösung, ohne vom BiOCl-Niederschlag abzufiltrieren. — *Bestimmung von Pb neben Bi*: Man fällt BiOCl durch Verdünnen, gibt Magnesiumkomplexonat und Pufferlösung zu und titriert das nach der Gleichung: $Pb^{2+} + MgY^{2-} = PbY^{2-} + Mg^{2+}$ frei gewordene Magnesium. — *Bestimmung von Cd und Zn nebeneinander*. Man bestimmt die Summe durch Titration mit Komplexonlösung. Hierauf fügt man Natriumdiäthyldithiocarbaminat zu, Cd fällt aus, das ihm entsprechende, frei gewordene Komplexon wird mit $MgSO_4$-Lösung titriert. — Auch die Extrahierbarkeit der Diäthyldithiocarbaminate mit Äthylacetat kann zur Analyse von Metallgemischen verwendet werden. Die Bestimmung von Zn in Aluminiumlegierungen wird beschrieben.

Bei komplexometrischen Titrationen mit Murexid als Indicator können nach R. Přibil[1] die störenden Metalle Eisen(III), Aluminium und Mangan durch Zugabe von Triäthanolamin maskiert werden, da sie mit diesem beständigere Komplexe liefern als mit Komplexon oder Murexid. In Lösungen von Eisen(III) entsteht nach Zugabe von Triäthanolamin eine braunrote Farbe, die allmählich schwächer wird und in alkalischer Lösung in helles Citronengelb übergeht, das den Farbumschlag von Murexid bei komplexometrischen Titrationen nicht stört. Aluminium bildet einen farblosen, auch gegen Ammoniak beständigen Komplex, der gar nicht stört. Mangan wird an der Luft in Gegenwart von Triäthanolamin zu Mangan(III)-komplex oxydiert, dessen smaragdgrüne Farbe Titrationen in Gegenwart größerer Mangammengen als etwa 2 mg Mn nicht gestattet. Folgende Anwendungen werden beschrieben: *Bestimmung von Nickel in Gegenwart von Fe, Al und Mn*. Man versetzt die zu untersuchende Lösung (z. B. von Raney-Nickel) mit 5—10 ml 30%iger Lösung von Triäthanolamin und 30 ml konzentrierter Ammoniaklösung. Nach Zugabe von Murexid (1 : 100 gemischt mit NaCl) titriert man mit 0,05 n Komplexonlösung bis zum Farbumschlag von Braunrot nach Rotviolett. In Anwesenheit von Mangan verdünnt man stark um den Endpunkt besser sichtbar zu machen (3—4 mg Mn in 400 ml). — *Bestimmung von Calcium neben Fe, Al, Mn und Mg*. Man versetzt die schwach saure Lösung mit 10—20 ml 30%iger Triäthyanolaminlösung und 10 ml 0,5 n Natronlauge. Nach Zugabe von Murexid titriert man in einem Volumen von 100 bis 150 ml bis zum Farbumschlag von Rotorange in Violett. Man kann auf diese Art kleine Ca-Mengen neben 50—60 mg Fe, 50 mg Al oder 3 mg Mn bestimmen. Bei größeren Eisenmengen trübt sich die Lösung und der Farbumschlag wird unkenntlich. Das Verfahren eignet sich zur Analyse von Kalkstein, Dolomit, Zement, Silicaten und dergleichen. — *Die Bestimmung von Nickel in Aluminiumlegierungen* kann auch ohne Zusatz von Komplexbildnern in sehr stark ammoniakalischer Lösung (30 bis 40 ml konzentriertes Ammoniak in kleinen Lösungsvolumen) erfolgen. Man kann so etwa 0,1 g Al in Lösung halten. Eisen stört. H. Kutrenacker.

Komplexon III (*Äthylendiamintetraacetat*) kann nach K. ter Haar und J. Bazen[2] sehr scharf mit *Thoriumnitratlösung* bei p_H 2,4—4,8 unter Verwendung von Alizarin S als Indicator titriert werden. Das Verfahren ist hauptsächlich zur indirekten Bestimmung verschiedener Metalle bestimmt, die man mit Überschuß an Komplexon-

[1] Chem. Listy **47**, 1333—1337 (1953) [Tschechisch]. Coll. czechoslov. chem. Commun. **19**, 58-63 (1954). Forsch.-Inst. f. Pharmazie u. Biochem., Prag.

[2] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **9**, 235—240 (1953). N. V. Gloilampenfabrieken, Eindhoven (Holland).

lösung versetzt. Der unverbrauchte Komplexonrest wird dann durch die Rücktitration mit Thoriumlösung erfaßt (vgl. die folgenden zwei Referate). Das Verfahren kann aber auch zur direkten *Thoriumbestimmung* dienen[1]. Der umkehrbare Farbumschlag des Indicators ist noch in 0,005 m Lösungen bei Zugabe von 0,01 bis 0,02 ml in einem Volumen von 30 ml deutlich zu beobachten. 1 Mol Thorium bindet 1 Mol Komplexon. — *Ausführung.* Eine bestimmte Menge 0,05 m Komplexonlösung (18,6 g Dinatriumsalz der Äthylendiamintetraessigsäure auf 1 l H_2O) wird in einem 250 ml-Becherglas auf etwa 100 ml verdünnt und die Lösung wenn nötig gegen Kongorot-Papier mit 2 n Salzsäure oder Ammoniak neutralisiert. Dann fügt man 5 ml 2 m Monochloressigsäure (189 g/l) und 5—10 ml 1 m Natriumacetatlösung (136 g $CH_3COONa \cdot 3\ H_2O$ l) zu und prüft den p_H-Wert der Lösung, der zwischen 2,8 und 3,5 liegen soll. Nach Zusatz von 1,5 ml 0,1%iger Alizarin S-Indicatorlösung wird mit 0,05 m Thoriumnitratlösung [27,6 g Th $(NO_3)_4 \cdot 4\ H_2O$ l] bis zum Farbumschlag von hellgelb nach orangerot titriert. Bei p_H 3,5 erfolgt der Umschlag scharf nach rot. Will man in der Siedehitze titrieren, muß die Lösung mit 10 ml 2 m Essigsäure und 10 ml 1 m Natriumacetatlösung auf p_H 4,3 abgepuffert und dann bis zum Umschlag mit Thoriumlösung titriert werden. Der Titer der Komplexonlösung wird wie folgt eingestellt. Man löst genau 1 g reinstes Zink in wenig verdünnter Salpetersäure, verkocht die Stickoxyde, kühlt ab und füllt im 100 ml-Meßkolben auf. 10 ml Abnahme werden im 500 ml ERLENMEYER-Kolben mit etwa 250 ml Wasser verdünnt, 12,5 ml-Pufferlösung (350 ml 25%iges Ammoniak + 54 g Ammoniumchlorid auf 1/l, p_H etwa 10) und 2—3 g Eriochromschwarz T zugefügt und mit der Komplexonlösung bis zum reinblauen Farbton titriert. H. POHL.

Zur *Aluminiumbestimmung* nach dem vorstehend beschriebenen Verfahren machen K. TER HAAR und J. BAZEN[2] folgende Angaben. Man versetzt bei p_H 3,5 mit einem Überschuß an Komplexon III-Lösung und titriert den unverbrauchten Rest mit Thoriumnitratlösung unter Verwendung von Alizarin S als Indicator zurück. Die Resultate sind gegenüber den unter Annahme des Äquivalenzverhältnisses 1 Mol Komplexon III : 1 g Atom Al berechneten Werten um etwa 1% zu niedrig, aber gut reproduzierbar. Man stellt zweckmäßig den Wirkungswert der Komplexonlösung gegen eine Aluminiumlösung von bekanntem Gehalt ein und rechnet mit dem empirischen Faktor. Fe, Ni, Bi reagieren quantitativ ebenso wie Aluminium. Bis zu 40 mg Ca, Ba und Mg, sowie bis zu 3 mg Mn stören nicht. Größere Mengen Sulfat muß man mit $BaCl_2$ fällen und die Al-Bestimmung im Filtrat durchführen. Cl^-, NO_3^- und ClO_4^- stören nicht, dagegen dürfen Cu, Pb, Zn, Cd, Fluorid, Phosphat und Oxalat nicht zugegen sein. — *Ausführung.* Die zu prüfende Lösung mit etwa 10—50 mg Al in etwa 100 ml wird mit einem Überschuß an 0,05 m KomplexonIII-Lösung versetzt. Dann neutralisiert man gegen Kongopapier und setzt 5 ml 2 m Monochloressigsäurelosung und 10 ml m Natriumacetatlösung zu (der p_H-Wert soll jetzt zwischen 3,5 und 3,6 liegen). Nach Zugabe von 1,5 ml 0,1%iger Alizarinrot S-Lösung titriert man mit 0,05 m $Th(NO_3)_4$-Lösung von Orange auf Rot. — Eisen und Aluminium können nebeneinander bestimmt werden, indem man zuerst Eisen bei p_H 2 (wo Al nicht reagiert) mit Komplexonlösung und Rhodanid als Indicator titriert und dann die Aluminiumbestimmung wie beschrieben durchführt.

Ähnlich wie Aluminium (vgl. das vorstehende Referat) kann nach K. TER HAAR und J. BAZEN[3] auch *Wismut* bestimmt werden. Die Umsetzung des Wismuts mit Komplexon ist selbst bei p_H 2 quantitativ. Der p_H-Wert wird mit 2 n Salzsäure oder

[1] Vgl. auch FRITZ, J. S., u. J. J. FORD: Analyt. Chemistry **25**, 521 (1953).

[2] Anal. chim. acta (Amsterdam) **10**, 23—28 (1954). N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken, Eindhoven (Holland).

[3] Anal. chim. acta (Amsterdam) **10**, 108—112 (1954).

2 n Ammoniak ohne Pufferlösung eingestellt. Man kann aber auch bei p_H 2,8 arbeiten (Einstellung mit 5 ml 2 m Monochloressigsäure + 5 ml m Natriumacetatlösung je 100 ml Lösungsvolumen). Die weitere Durchführung der Bestimmung ist die gleiche wie bei der Al-Bestimmung. 1 ml m Komplexonlösung entspricht 104,5 mg Bi. — Bei p_H 2 reagiert Fe wie Bi. Al (30 mg), Pb, Zn, Cd (100 mg), Co, Mn (10 mg), Mg, Ca, Ba (40 mg) stören nicht. Cu (100 mg) bedingt Fehler von 5%. Ni, Sn, Sb stören sehr. Bei p_H 2,8 reagieren Fe, Ni quantitativ wie Bi, Al reagiert fast quantitativ. Cu, Pb, Zn, Cd dürfen nicht zugegen sein.

Nach Untersuchungen von A. L. Underwood[1] können *Eisen und Kupfer nebeneinander mit Äthylendiamintetraacetatlösung* titriert werden, wenn man das jeweilige Titrationsende *spektrophotometrisch* feststellt[2]. Die Beständigkeitskonstante des Eisen(III)-komplexes (log K = 25,1) ist bedeutend größer als die des Kupferkomplexes (log K = 18,3), daher bildet sich der Eisenkomplex bei der Titration mit der Komplexonlösung zuerst. Man mißt die Absorption der Lösung nach jedem Zusatz der Maßflüssigkeit bei der Wellenlänge 745 mμ, bei welcher der Kupferkomplex sein Absorptionsmaximum hat. Der Eisenkomplex absorbiert bei dieser Wellenlänge gar nicht. Die plötzliche Zunahme der Lichtabsorption infolge Bildung des Kupferkomplexes dient also als Indicator für die Eisentitration. Der Endpunkt der Kupfertitration ergibt sich daraus, daß die Lichtabsorption bei festgesetztem Zusatz von Maßflüssigkeit nicht mehr zunimmt, sondern konstant bleibt. Die Titrationskurve besitzt also 2 Knicke, von denen der erste dem Eisen-, der zweite dem Kupferendpunkt entspricht. Die Bestimmungen sind in reinen Lösungen auf einige Zehntel Prozent genau. Das Verfahren wird besonders für die Bestimmung kleiner Fe- und Cu-Gehalte in Aluminiumlegierungen empfohlen. Bei Gehalten von etwa 0,2—0,3% betragen die relativen Fehler hier etwa 3,5—4,8%. — *Ausführung.* Man löst 2 g der Aluminiumlegierung in verdünnter Salzsäure und fällt die Hauptmenge des Aluminiums durch Einleiten von HCl-Gas in die mit Äther versetzte Lösung[3]. Der abfiltrierte Niederschlag wird gründlich gewaschen, das Filtrat wird auf 15—25 ml eingeengt, mit Natronlauge auf p_H 2 gebracht und mit 25 ml Pufferlösung versetzt. (94,5 g Monochloressigsäure werden in Wasser gelöst, mit NaOH auf p_H 2 gebracht und auf 1 l aufgefüllt). Man verdünnt auf 50 ml, läßt wenigstens 1 Std stehen, fügt die Maßlösung in passenden Anteilen zu und bestimmt nach jedem Zusatz die Absorption. Dabei ist vor Erreichen des Eisenendpunktes jedes Mal 5—10 min zu warten, bis die bei Zusatz der Maßflüssigkeit ansteigende Absorption langsam auf Null zurückgeht. Die Kupfertitration kann sehr rasch durchgeführt werden, weil hier der anfängliche Anstieg der Absorption wegfällt.

H. Kurtenacker.

Ein tragbarer Gasanalysator zur Bestimmung geringer Mengen *Kohlenoxyd und Kohlendioxyd* wird von V. P. Vendt und T. A. Lebedeva[4] beschrieben. Das Gerät arbeitet nach dem Prinzip der Oxydation von CO mit J_2O_5 zu CO_2, welches in alkalischer Lösung absorbiert und anschließend titrimetrisch oder colorimetrisch bestimmt wird. Der Analysator eignet sich für eine CO-Konzentration von 0,02 bis 2 mg je Liter Luft. Da die Oxydation nur bei 100° C vollständig verläuft, befindet

[1] Analyt. Chemistry **25**, 1910—1912 (1953). Emory Univ., Ga.(USA).

[2] Für komplexometrische Einzelbestimmungen von Metallen wurde die spektrophotometrische Endpunktbestimmung bereits von Ph. B. Sweetser und C. E. Bricker empfohlen (Analyt. Chemistry **24**, 409 1107 (1952); **25**, 253 (1953); vgl. diese Z. **141**, 55 (1954).

[3] Hillebrand, W. F., und G. E. F. Lundell, Applied Inorganic Analysis, S. 393. John Wiley & Sons, New York 1929.

[4] Zavodskaja Laborat. (Betriebslab.) [Russisch] **16**, 1125—1126 (1950).

sich das J_2O_5-Rohr in einem mit Vaselinöl gefüllten Dewar-Gefäß. Die Temperaturregelung dieses Ölbades erfolgt über ein Relais. Die Genauigkeit der Methode beträgt bei Verwendung von 0,02 n Lauge und beim Durchleiten von 1 Liter Luft 0,01 mg CO. Die Apparatur kann auch für Schnellanalysen benutzt werden. In diesem Fall arbeitet man mit einer mit Indicator gefärbten 0,001 n Lauge und leitet Luft bis zur Entfärbung der Absorptionsflüssigkeit durch. Infolge unvollständiger Absorption von CO_2 in schwacher Alkalilösung ist dann die Genauigkeit der Bestimmung nicht sehr groß. A. Trofimow.

IV. Spezielle analytische Methoden.

2. Auf Handel, Industrie und Landwirtschaft bezügliche.

Die Äthoxose(I) und ihr Nachweis wird von E. Letzig[1] eingehend untersucht und den Methylcellulosen(II) und dem Natriumcelluloseglykolat(III) gegenübergestellt. Äthoxose ist ein wasserlösliches Binde- und Verdickungsmittel, das ebenso wie II und III bei Herstellung von Lebensmitteln Verwendung findet. Es wird vermutlich durch Einwirken von Äthylenoxyd auf Cellulose hergestellt. Vergleichende Viscositätsmessungen ergaben gegenüber III Unterschiede, die für den analytischen Nachweis mit herangezogen werden können; mikroskopisch sind keine Unterschiede feststellbar. Farb- und Fällungsreaktionen mit Jod-Jodkalium bzw. Tannin sind bei I positiv, so daß angenommen werden kann, daß es sich bei I um einen homöopolaren Celluloseester handelt. Durch Fällungsreaktionen kann I nicht von II unterschieden werden, jedoch durch Erhitzen auf 100° C, wobei I im Gegensatz zu II keine Trübungen bzw. Ausflockungen zeigt. I und II geben die für III charakteristischen Fällungsreaktionen mit Schwermetallen oder quaternären Ammoniumverbindungen nicht, auch nicht eine Ausflockung durch Alkohol. Gegenüber körpereigenen Enzymen verhalten sich I, II und III gleich und werden nicht abgebaut; dagegen ergaben celluloseshaltige Enzymgemische (Filtragol) einen viscosometrisch deutlich feststellbaren Abbau. Säurehydrolyse bei Kochtemperatur ist, gemessen am Reduktionsvermögen, bei I nach 1 Std beendet, bei II und III erst nach Stunden. Vergärbarkeit und papierchromatographisches Verhalten der im Säurehydrolysat vorhandenen, reduzierbaren Substanzen ergaben bei I, II und III Glucose als vergärbaren Zucker in stark schwankenden Gehalten, bei I papierchromatographisch neben Glucose nur eine Substanz mit größerer Wanderungsgeschwindigkeit als Glucose und damit einen deutlichen Unterschied gegen II und III, so daß hierdurch I analytisch von II und III unterschieden werden kann. Fütterungsversuche mit Äthoxosehydrolysat an weißen Mäusen ergaben keine gesundheitsschädliche, nur eine schwach laxierende Wirkung. O. Reichard.

Zur quantitativen Bestimmung von Äthyl- und Isopropylestern der Phenylcarbamidsäure werden nach Ju. A. Baskakov und N. N. Melnikov[2] diese Ester mit alkoholischer Lauge bzw. konz. Salzsäure hydrolysiert und das gebildete Anilin mit Nitrit titriert. *Bestimmung des Äthylesters.* Man kocht eine Einwaage, welche etwa 0,6—0,7 g Phenylcarbamidsäureäthylester enthält, 2 Std mit einem Gemisch von 10 ml 20%iger wäßriger Kalilauge und 25 ml 96%igem Alkohol. Das Reaktionsgemisch wird nach der Verseifung mit Salzsäure neutralisiert und zusätzlich mit 20 ml Salzsäure (1,16) und 10 ml 10%iger wäßriger Kaliumbromidlösung versetzt.

[1] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **96**, 178—188 (1953). Zentralstelle für Hygiene, Dresden.

[2] Ž. anal. Chim. **8**, 119—121 (1953) [Russisch]. Inst. für Gewächsphysiologie, Akad. d. Wiss., Moskau.

Man titriert das Gemisch nach Verdünnen mit 150 ml Wasser mit 0,1 n Natriumnitritlösung bei 15—20° C, bis 1 Tropfen der Lösung auf Jodstärkepapier nach 5minutigem Stehen beständige Blaufärbung verursacht. Parallel wird ein Blindversuch mit den Reagenzien durchgeführt. — *Bestimmung des Isopropylesters.* Man kocht eine Einwaage mit einem Gehalt von 0,4—0,5 g Isopropylester mit 40 ml Salzsäure (1,16) und 30 ml Wasser 2 Std unter Rückfluß, verdünnt nach der Verseifung mit 250 ml Wasser, gibt 15 ml 10%ige Kaliumbromidlösung zu und titriert mit 0,1 n Natriumnitritlösung wie oben. Parallel wird ein entsprechender Blindversuch durchgeführt. In gleicher Weise kann die Analyse von *3-Chlorphenylcarbamidsäureisopropylester* durchgeführt werden. A. Trofimow.

Die rationelle Analyse von Arsenerzen nach A. T. Černyi und K. V. Podojnikova[1] beruht auf der hydrochemischen Umwandlung einiger arsenhaltiger Mineralien beim Backen des Erzes mit Al_2O_3 bei verschiedenen Temperaturen und in verschiedenen Medien, wie in Gemischen von Wasserdampf und Kohlendioxyd oder in Gemischen von Wasserdampf, Kohlendioxyd und Chlorwasserstoff, wodurch einzelne Mineralien voneinander getrennt werden können. — *I. Die Bestimmung von Arsenid-Arsen* beruht auf der Nichtzersetzlichkeit der Arsenide beim Glühen mit Al_2O_3 in einer Atmosphäre von $H_2O + CO_2 + HCl$ bei 500—550° C. Man bringt ein Gemisch von 0,5—1,0 g Erz mit 2—3 g Al_2O_3 in Porzellanschiffchen in ein Quarzrohr. Das eine Rohrende ist mit einer CO_2-Quelle verbunden und das Gas wird durch eine mit rauchender Salzsäure gefüllte Waschflasche geleitet. Das andere Rohrende ist mit 2 Waschflaschen verbunden, deren erste reines Wasser zum Auffangen von $AsCl_3$ enthält, die andere Cadmium- und Zinkacetatlösung zum Auffangen von Schwefelwasserstoff. Die Bestimmung von absorbiertem H_2S und $AsCl_3$ wird nicht durchgeführt. Vor der Analyse wird das System mit CO_2 gespült und dann der Ofen auf 500—550° C aufgeheizt. Man backt bei dieser Temperatur unter gleichzeitigem Einleiten von Wasserdampf + CO_2 + HCl 1 Std. Das Reaktionsende, d. h. die vollständige Zersetzung von Arsenidosulfiden, Sulfiden, Sulfoarseniten und Sulfoarsenaten ist am Aufhören der H_2S-Entwicklung erkennbar. Man kühlt das Schiffchen im CO_2-Strom ab, behandelt den Inhalt 1 Std auf dem Wasserbad mit Salzsäure (D 1,12), filtriert und wäscht mit salzsäurehaltigem Wasser. Das Filtrat wird aufgehoben zur Bestimmung des Arsengehaltes von Sulfoarsenaten und Arsenaten. Der Rückstand mit dem Filter wird mit Salpetersäure bis zur vollständigen Auflösung von Arseniden erwärmt und in der Lösung Arsen nach einer der bekannten Methoden bestimmt. Die gefundene Arsenmenge entspricht dem Gehalt an den Arsenidmineralien *Nickelin, Chloanthit, Smaltin* und *Lellingit.* — *II. Die Bestimmung von Arsen in Arsenaten* beruht auf ihrer Löslichkeit in verdünnter Salzsäure zum Unterschied von Sulfoarsenaten, die hierin unlöslich sind. Man behandelt 1—2 g Erz auf dem Wasserbad mit Salzsäure (D 1,12) 1 Std, filtriert, wäscht den Rückstand mit salzsaurem Wasser und bestimmt im Filtrat Arsen(V). — *III. Die Bestimmung von Arsen in Sulfoarsenaten* wird errechnet aus der Differenz (Sulfoarsenat + Arsenat) — Arsenat. Die Bestimmung der Summe des Arsens von Sulfoarsenaten und Arsenaten erfolgt im Filtrat der Bestimmung I. — *IV. Die Bestimmung von Arsen in Arsenidosulfiden* beruht auf der Nichtzersetzlichkeit dieser Erze bei 1—1,5stündigem Backen mit Al_2O_3 in $H_2O + CO_2$-Atmosphäre bei 350 bis 400° C. CO_2 wird vor Eintritt in das Quarzrohr durch eine Waschflasche mit heißem Wasser geleitet. Der im CO_2-Strom abgekühlte Schiffcheninhalt wird 1 Std mit Salzsäure (D 1,12) auf dem Wasserbad in CO_2-Atmosphäre behandelt. Man filtriert und wäscht den unlöslichen Rückstand, welcher Arsenide und Arsenidosulfide enthält, löst in Salpetersäure und bestimmt in der Lösung das Arsen. Durch

[1] Zavodskaja Laborat. (Betriebslab.) **16**, 1031—1035 (1950) [Russisch].

Abzug des auf Arsenid entfallenden Arsengehaltes erhält man die den Arsenidosulfiden entsprechenden Arsenverbindungen, wie *Gersdorffit, Glaukodit, Arsenopyrit.* — *V. Die Bestimmung von Arsen in Arseniten* beruht auf der Löslichkeit der Arsenite in verdünnter Salzsäure. Man bearbeitet eine Einwaage von 3—5 g auf dem Wasserbad mit Salzsäure (D 1,12) 1 Std im CO_2-Strom. Der Rückstand wird abfiltriert und mit salzsaurem Wasser gewaschen. Im Filtrat wird die den Arseniten + Arsenaten entsprechenden Arsenmenge bestimmt. Durch Abzug der dem Arsenat entsprechenden Arsenmenge erhält man den Gehalt des Arsenit-Arsens, d. h. *Arsenolit und Klaudetit.* — *VI. Die Bestimmung des elementaren Arsens* erfolgt aus dem salzsäureunlöslichen Rückstand. Durch 1—1,5stündige Behandlung mit 10%iger Ammoniumcarbonatlösung auf dem Wasserbad gehen Sulfide, Sulfoarsenite und Sulfoarsenate in Lösung, während im Rückstand Arsen, Arsenide und Arsenosulfide zurückbleiben. Man behandelt den Rückstand mit Salpetersäure bis zur vollständigen Auflösung von Arsen, Arsenid und Arsenidosulfid. In der Lösung wird nach Abtrennung vom unlöslichen Teil das Arsen bestimmt. — *VII. Die Bestimmung des Arsengehalts von Sulfiden und Sulfoarseniten* wird im Filtrat durchgeführt, welches nach Behandlung des Rückstandes mittels kaliumcyanidhaltiger Ammoniumcarbonatlösung erhalten wird. Man behandelt dann die Lösung mit Salpetersäure und bestimmt Arsen. Aus der Differenz wird die Summe der Sulfide und Sulfoarsenite — *Realgar und Auripigment* bzw. *Tennantit und Pyrargirit* — erhalten. Ähnliche Verfahren haben die gleichen Verf. für schwefelhaltige Erze[1], Eisenerze[2] und Nickelerze[3] beschrieben. A. Trofimow.

3. Auf Pharmazie bezügliche Methoden.

Für die Bestimmung von Eisen(II)-salzen und einigen Metallverreibungen in Arzneimitteln empfiehlt E. Schneider[4] die Titration nach L. W. Andrews[5]. Dabei werden die Fe^{2+}-Ionen erst mit einer salzsauren Lösung von Jodmonochlorid oxydiert: $2\,JCl + 2\,Fe^{2+} = J_2 + 2\,Fe^{3+} + 2\,Cl^-$. Das entstehende Jod wird dann mit Jodat in stark salzsaurer Lösung titriert, wobei wieder Jodmonochlorid gebildet wird: $2\,J_2 + JO_3^- + 6\,H^+ = 5\,J^+ + 3\,H_2O$ und $5\,J^+ + 5\,Cl^- = 5\,JCl$. Am Äquivalenzpunkt entfärbt sich der zugegebene Tetrachlorkohlenstoff. *Ausführung.* Die gezählten und gewogenen Pillen oder Tabletten, z. B. Blaudsche Pillen mit etwa 70—100 mg Fe^{2+}, werden zerrieben und mit 10 ml verd. Salzsäure 5 min behandelt. Dann wird filtriert, mit Salzsäure nachgewaschen, 5 ml Jodmonochloridlösung und nach 5 min 70 ml konz. Salzsäure und 5—8 ml CCl_4 zugegeben. Unter kräftigem Schütteln wird anschließend mit 0,025 m KJO_3-Lösung titriert. Da die oft vorliegende Ascorbinsäure dabei mit erfaßt wird (1 ml 0,025 m KJO_3-Lösung entspricht 8,806 mg Ascorbinsäure), muß sie getrennt bestimmt und bei der Berechnung des Eisens berücksichtigt werden. — Das Verfahren eignet sich auch zur Bestimmung homöopathischer Metallverreibungen, wie Zn, Fe, Hg, Bi. Die Einwaage bleibt nach Zugabe von 10 ml Jodmonochloridlösung unter gelegentlichem Umschütteln 15 min stehen, wird dann mit 60 ml konz. Salzsäure und 5—8 ml CCl_4 versetzt und unter äußerst kräftigem Schütteln bis zur Entfärbung der Tetrachlorkohlenstoffschicht mit Kaliumjodatlösung titriert. — Die Jodmonochloridlösung wird erhalten durch Auflösen von 3,22 g KJO_3 und 5,0 g KJ in 40 ml Wasser. Unter

[1] Zavodskaja Laborat. (Betriebslab.) **16**, 1189 (1950); vgl. diese Z. **139**, 298 (1953).
[2] Zavodskaja Laborat. (Betriebslab.) **16**, 1308 (1950); vgl. diese Z. **139**, 300 (1953).
[3] Zavodskaja Laborat. (Betriebslab.) **16**, 899 (1950); vgl. diese Z. **139**, 300 (1953).
[4] Dtsch. Apotheker-Ztg. **1953**, 898—900. Techn. Hochsch. Aachen.
[5] Z. anorg. allg. Chem. **36**, 76 (1903); vgl. diese Z. **94**, 252 (1933).

Kühlen und kräftigem Schütteln fügt man langsam 40 ml konz. Salzsäure und anschließend 5 ml CCl_4 hinzu. Färbt sich dabei die organische Schicht durch freies Jod, dann wird bis zur Entfärbung tropfenweise 0,025 m KJO_3-Lösung zugegeben.

G. Denk.

Zur gravimetrischen Erfassung kleinster Mengen ätherischer Öle (von etwa 0,5 mg an) hat E. Stahl[1] den nebenstehend abgebildeten Apparat (verbesserte „Karlsruher" Apparatur, Abb. 1 a) entwickelt. Das Pflanzenmaterial wird entweder in Wasser suspendiert (Wasserdestillation), oder der Kolben wird, wie Abb. 1 zeigt, zur Hälfte mit Perlkies und die Räume dazwischen bis unterhalb der Kolbenmitte mit Wasser gefüllt, während die Pflanzenteile obenauf liegen (Wasserdampfdestillation). Durch verschiedene Stellung des Dreiweghahns *h* (Abb. 1 b) kann man entweder (Umlaufstellung, *A*) das überdestillierte Wasser wieder in den Kolben zurücklaufen lassen oder (Spülstellung, *B*) die Capillaren *l*, *i* ausspülen oder (Ablaßstellung, *C*) den Inhalt der Meßcapillare *f* (mit $^1/_{200}$-Teilung) und der Olive *g* beispielsweise in das Mikrokölbchen *m* ablassen. Man füllt zunächst das Capillarsystem unter Stellung *B* mit Wasser, dreht *h* im entgegengesetzten Sinne des Uhrzeigers in die Umlaufstellung *A* und gibt durch das Druckausgleichsrohr *e* 0,5 ml Pentan (Kp 32° C) hinein, um das überdestillierte ätherische Öl darin zu lösen. Man destilliert mit einer Geschwindigkeit, die sich von 0,5—6 ml je Minute verändern läßt. (Messung durch Abstoppen, in welcher Zeit die 1 ml-Meßmarke in *e* erreicht ist, dabei Dreiweghahn in Stellung *B*.) Nach Beendigung der Destillation dreht man den Dreiweghahn *h* im Uhrzeigersinne schnell über *B* vorsichtig in Stellung *C*, so daß sich die Öl-Pentansäule in *f* langsam senkt. Hat sie den Dreiweghahn erreicht, so dreht man ihn in Stellung *B*,

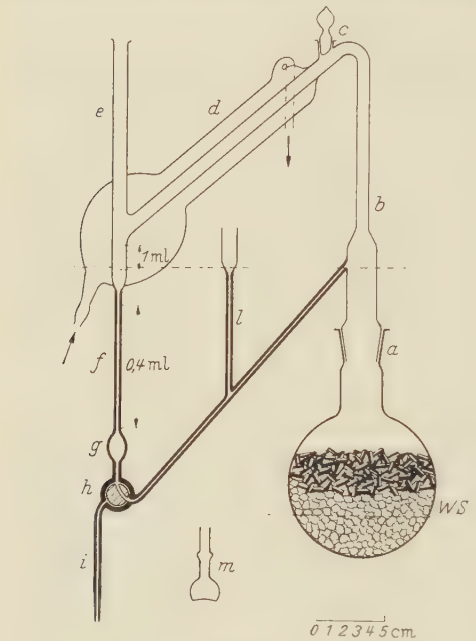


Abb. 1 *a*.

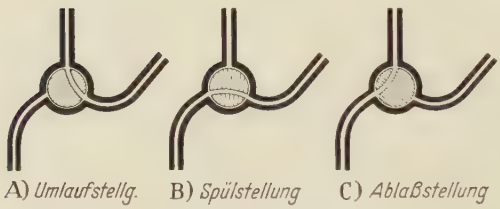


Abb. 1 *b*.

Abb. 1. Destillationsapparat zur Bestimmung ätherischer Öle nach Stahl.

[1] Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta (Wien) **40**, 367—372 (1953). Technische Hochschule Karlsruhe.

läßt das in den rechten Capillaren stehende Wasser ab und spült mit Aceton und Pentan nach. Nach Zurückdrehen in Stellung *C* läßt man die Öl-Pentanlösung in das Mikrokölbchen ab, spült durch *e* und *f* mit etwas Pentan nach, verdampft das Pentan aus dem Mikrokölbchen in einem 50° C warmen Sandbad, stellt Kölbchen mit Bad in einen mit Blaugel gefüllten Exsiccator und evakuiert, bis alles Pentan entwichen ist. Ist bei farblosen ätherischen Ölen die Trennfläche zwischen Pentanlösung und Wasser schwierig zu erkennen, so kann man durch den Spülstutzen *c* etwas Fluoresceinlösung eintropfen lassen, worauf sich das Wasser durch seine grüne Fluorescenz vom Pentan abhebt. F. Neumann.

Über die UV-spektrophotometrische Analyse von 3,3,5-Trimethyl-cyclohexylmandelat berichten M. J. E. Ernsting, R. F. Rekker, J. H. Bos und W. Th. Nauta[1]. Die Arbeit, die Tabellen und Absorptionskurven enthält, möge im Original eingesehen werden. H. Sperlich.

Ein quantitatives Bestimmungsverfahren organischer Stickstoffbasen, die als Arzneimittel verwendet werden (Antipyrin) oder als Alkaloide in der forensischen Chemie von Interesse sind, geben L. Levi und Ch. G. Farmilo[2] an. Man scheidet dabei die Stickstoffbasen in bekannter Weise als Komplex mit Cadmiumhalogenid ab, setzt den Cadmium-Aminkomplex in Eisessig als Lösungsmittel mit Quecksilber(II)-acetat um [dabei bildet sich neben HgX_2 und $Cd(CH_3COO)_2$ das Acetat der organischen Base] und titriert nun mit 0,05 n Perchlorsäure, in Dioxan gelöst, unter Verwendung von Kristallviolett als Indicator. Die Genauigkeit beträgt $\pm 0{,}5\%$. — Untersucht wurden: *Antipyrin, Pyramidon, Brucin, Cholinchlorid, Cocain, Narcotin und Stovain, Cinchonin, Nicotin und Chinin.* Die 3 letztgenannten Basen werden in Eisessiglösung ohne Anwendung der vorgeschlagenen Cadmium-Amin-Komplexmethode durch 2 Mol Perchlorsäure, die anderen durch 1 Mol Perchlorsäure neutralisiert. Bei Anwendung der vorgeschlagenen Methode vergrößert sich die zur Neutralisation benötigte Perchlorsäuremenge um je 2 Mol für jedes Mol Cadmiumhalogenid, das mit der organischen Base den Komplex gebildet hat. K. Brodersen.

Eine colorimetrische Methode zur Bestimmung von Procain-Benzylpenicillin in Futtermitteln wird von M. G. Ashley und J. F. Lees[3] beschrieben. Das Prinzip des Verfahrens besteht darin, daß das Procain aus der natronalkalischen wäßrigen Aufschwemmung des Futtermittels mit Chloroform extrahiert und aus der Chloroformphase in verdünnte Salzsäure übergeführt wird. Dann wird das Procain diazotiert und mit N-(1-naphtyl)-äthylendiamin zu einem blauroten Farbstoff gekuppelt, den man colorimetriert. Mit dieser Methode können Gehalte von 0,00025 bis 3,0% Procain-Benzylpenicillin in Futtermitteln und Futtermittelkonzentraten bestimmt werden. H. Sperlich.

Die Bestimmung von Geosid (Glucosid des Eugenols) in den Wurzeln von Geum-Arten gründet R. Hegnauer[4] auf die Bestimmung des Eugenols nach enzymatischer Freilegung, Wasserdampfdestillation, Kupplung mit diazotiertem p-Nitranilin und Messung der Intensität des gebildeten Farbstoffs. Die frischen Wurzeln werden in etwa 2 cm lange Stückchen geschnitten und in einem verschlossenen Rundkolben mit der 5—10fachen Menge an Wasser, das 0,3% Chloroform

---

[1] Pharmac. Weekbl. **1953**, 605—612. Freie Universität Amsterdam.

[2] Analyt. Chemistry **25**, 909—913 (1953). Food Drug Lab., Dept. Nat. Health, Welfare, Ottawa (Canada).

[3] J. Pharmacy Pharmacol. **6**, 50—54 (1954). Imp. Chem. Ind., Ltd., Manchester (England).

[4] Pharmac. Weekbl. **88**, 385—388 (1953) [Holländisch]. Rijksuniversiteit Leiden.

enthält, bei 20—30° C 3 -4 Std stehen gelassen. Man destilliert hierauf $^2/_3$ des Inhalts ab und füllt das Destillat auf ein bestimmtes Volumen auf. Für die Eugenolbestimmung werden 5—20 ml Destillat, die 0,5—2,5 mg Eugenol enthalten müssen, in einem 50 ml-Scheidetrichter mit Wasser zu 20 ml aufgefüllt und mit 0,5 g $NaHCO_3$ versetzt. Nun diazotiert man 5 ml einer gesättigten Lösung von p-Nitranilin in 1%iger Schwefelsäure mit 1 ml einer 2%igen Lösung von Natriumnitrit und fügt das Gemisch zur eugenolhaltigen Flüssigkeit im Scheidetrichter. Der bei vorsichtigem Vermischen abgeschiedene Farbstoff wird mit 10 ml Chloroform ausgeschüttelt. Die Chloroformschicht wird nach Abtrennen mit wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet und nach 1stündigem Stehen unter Verwendung des Filters S 53 photometriert. Für den Blindversuch werden 20 ml Wasser auf die gleiche Weise behandelt. Die Eichkurve wird mit Mengen von 0,5—2,5 mg Eugenol aufgestellt. L. Acker.

Die chemische Bestimmung der chloroformlöslichen Digitalisglucoside mit Hilfe der Baljet-Reaktion (Farbreaktion mit alkalischer Pikrinsäurelösung) gibt nach C. J. Eastland, D. P. Lawday und E. H. B. Sellwood[1] Werte, die bis zu 3mal höher sind als der biologisch ermittelte Standard. Mit steigendem Digitoxingehalt des Glucosidgemisches nähert sich der chemisch ermittelte dem biologisch gefundenen Wert; bei Digitoxin B.P.C. sind beide Werte praktisch gleich. Verf. folgern, daß die chemische Gehaltsbestimmung nur dann Rückschlüsse auf die biologische Wirksamkeit von Digitalisglucosiden erlaubt, wenn deren Herkunft, chromatographisches Verhalten und physikalische Konstanten bekannt sind.
H. Sperlich.

Die titrimetrische Bestimmung von Trimethadion, Phenobarbital und Phenylmethylbarbital in Gemischen nach H. Vasbinder und H. R. van der Sijde[2] gründet sich auf die Aufspaltung von Trimethadion (3,5,5-Trimethyloxazolidindion-2,4) zu N-Methyl-α-oxyisobutyramid und CO_2 und auf die Eigenschaft von Phenobarbital (5-Phenyl-5-äthylmalonylharnstoff). Silberverbindungen zu bilden. — *Ausführung.* 50 ml 0,1 n Natronlauge werden nach Zugabe von 15 ml Alkohol mit 0,1 n Salzsäure gegen Thymolphthalein (10 Tropfen 0,1%iger Lösung) titriert (Verbrauch a ml 0,1 n Salzsäure). Dann werden etwa 350 mg des zu untersuchenden Gemischs (p mg) in einem Erlenmeyer-Kolben mit 15 ml Alkohol und 50 ml 0,1 n Natronlauge versetzt und 15 min stehen gelassen. Man titriert den Überschuß mit 0,1 n Salzsäure gegen den gleichen Indicator zurück (Verbrauch b ml 0,1 n Salzsäure). Etwa die gleiche Menge des zu analysierenden Gemischs (p′ mg) werden in einem Erlenmeyer-Kolben in 20 ml Wasser und 10 ml 2 n Natriumcarbonatlösung gelöst und dann mit 0,1 n Silbernitratlösung bis zur bleibenden Opalescenz titriert. (Verbrauch c ml 0,1 n Silbernitratlösung). Zur Berechnung dienen folgende Formeln:

$$\left(a - b - \frac{p'}{p} \cdot c\right) \cdot 14{,}3 \cdot 100/p = \% \text{ Trimethadion};$$

$$c \cdot 23{,}2 \cdot 100/p' = \% \text{ Phenobarbital};$$

$$c \cdot 21{,}8 \cdot 100/p' = \% \text{ Phenylmethylbarbital.}$$ L. Acker.

[1] J. Pharmacy Pharmacol. 4, 811—813 (1952). Allen and Hanburys, Ltd., Ware, Herts. (England).

[2] Pharmac. Weekbl. 88, 801—804 (1953) [Holländisch]. Gemeente-Apothek, Rotterdam.

Namen- und Sachverzeichnis zum 142. Band.

Namenverzeichnis.

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung.)

Abbate, A. M., siehe Thomas, E. D.

Achaya, K. T., und Saletore, S. A. Bestimmung von Fettsäuren in Gemischen mit Oxyfettsäuren 312.

Acker, L., Diemair, W., und Jäger, R. Wirksamkeit eines lecithinspaltenden Fermentes 5. — Colorimetrische Bestimmung von Cholin 6.

Acker, L., und Ernst, G. Studien zur quantitativen Bestimmung von Cholin neben Lecithin in pflanzlichem Material 5 [Or].

Adams jr., N. I., siehe Kovarik, A. F.

Addink, N. W. H. Spektrochemische Analyse mit Hilfe eines Gleichstromkohlebogens 204.

Adler, I., und Axelrod, J. M. Röntgen-Fluorescenzspektrometer 282.

Agner, K., und Belfrage, E. Methanolbestimmung 79.

Airan, J. W., Joshi, G. V., Barnabas, J., und Mater, R. W. P. Papierchromatographische Identifizierung organischer Säuren 47.

Airoldi, R. Indirekte jodometrische Bestimmung von Beryllium 376.

Alberti, B. Bestimmung des Eigehaltes von Eierteigwaren 236.

Albon, N., siehe Gross, D.

Albright, E. C., siehe Larson, F. C.

Alfin-Slater, R. B., Bock, S. M., und Swislocki, M. Apparatur zur Bestimmung von Deuterium 365.

Alimarin, I. P., Iwanow-Emin, B. N., Medwedewa, O. A., und Janowskaja, Tsch. Ja. Germaniumbestimmung 219.

Allen, E., und Rieman III, W. Spektrophotometrische Bestimmung einer Komponente in einem Mehrkomponenten-Gemisch 290.

McAlpine, R. K. Reaktion zwischen Natriumcyanid und Kupfertetraminsalz zur Cu-Bestimmung durch Titration mit Cyanid 372.

Alt, J., siehe Denk, G.

Alten, F., Weiland, H., und Kurmies, B. Bestimmung von Nitrit mit Hilfe von $Cs_3[Co(NO_2)_6]$ 369.

Altmann, S. M., Crook, E. M., und Datta, S. P. Chromatographische Bestimmung der Hydrazone von Ketosäuren im Blut 444.

Amberger, C., siehe Paal, C.

Amdur, E. Colorimetrische Kaliumbestimmung mit Dipikrylamin 367.

Amer, H. H., Paxton, R. R., und van Winkle, M. Untersuchung von binären und ternären Gemischen von Methanol, Äthanol und Aceton 308.

Amer. Publ. Health Assoc. Bestimmung von Ammoniak-Stickstoff in Wasser und Abwasser 150.

Ames, D. B., Sedlet, J., Anderson, H. H., und Kohlman, T. P. Radiumbestimmung 221.

Analytical Methods Committee. Bestimmung von Gelatine in Fleischextrakt und Fleischbrühe 237.

Andersen, L. Spektrophotometrische Mikrobestimmung von Sulfat und organischem Schwefel 390.

Anderson, D., siehe Fassel, V. A.

Anderson, H. H., siehe Ames, D. P.

Anderson jr., J. A., siehe Hastings, S. H.

Anderson, J. R. A., und Martin, E. C. R_f-Werte von Lebensmittelfarben 53.

Anderson, R. E., siehe Meinke, W. W.

Andreetti, C., siehe Pénau, H.

Andrews, L. W. Titration von Eisen-(II)-Ionen mit Jodat 461.

D'Ans, J., Blasius, E., Guzatis, H., und Wachtel, U. Vorbereitung des Austauschharzes zur Trennung der Platinmetalle 343.

Arends, C. B., siehe Bernstein, R. B.

Ashley, M. G., und Lees, J. F. Colorimetrische Bestimmung von Procain-Benzylpenicillin in Futtermitteln 463.

Asmus, E. Photometrische Wismutbestimmung in Blei-Zinnlegierungen 255 [Or].

Asmus, E., und Garschagen, H. Bestimmung von Chlor und Thiocyanat durch Pyridinkernspaltung 13.

ASTM-Methods of Chemical Analysis of Metals. Kupferbestimmung mit Bromwasserstoffsäure 95, 96.

Aubry, J., und Marion, F. Bestimmung von metallischem Eisen, FeO und Fe_2O_3 nebeneinander 304.

Averill, W. Schnellbestimmung von Pektinstoffen in gefrorenen Citruskonzentraten 144.

Avery, B. F., und Hastings, A. B. Manometrische Milchsäurebestimmungsmethode 319.

Axelrod, J. M., siehe Adler, I.

Baar, S. Colorimetrische Mikrobestimmung von Kalium im Serum 78.

Bäthge, G., siehe Hartmann, H.

Bahner, F. Bestimmung von Acetessigsäure 312.

Balis, E. W., siehe Simons, E. L.

Baltes, J. Qualitative Prüfung von Fetten 157.

Bancie-Grillot, M., und Grillot, E. Radiochemisches Bestimmungsverfahren für geringe Chlorverunreinigungen in ZnS-Phosphoren 218.

Banerjee, S., siehe Sundaram, A. K.

Banks, Ch. V., siehe Margerum, D. W.

Bar-Gadda, I., siehe Bobtelsky, M.

Barker, S. B. Jodidbestimmung durch katalysierte Reduktion von Ce^{IV} mittels arseniger Säure 396.

Barnabas, J., siehe Airan, J. W.

Bartelmus, G., siehe Hecht, F.

Bartha, L. G., siehe Szabó, Z. G.

Baskakov, Ju. A., und Melnikov, N. N. Quantitative Bestimmung von Äthyl- und Isopropylestern der Phenylcarbamidsäure 459.

Bassett, L. G., siehe Wiberley, S. E.

Batalin, A. Ch. p-Anisidin, Reagens auf zweiwertiges Kupfer 370.

Bate-Smith, E. C., und Westall, R. G. Papierchromatographische Identifizierung von Flavonoiden 121.

Bauer, V., siehe Schmidt, H.

Baumann, A., siehe Grau, R.

Baumann, C., und Grossfeld, J. Polarimetrische Stärkebestimmung in Lebensmitteln 147.

Bazen, J., siehe ter Haar, K.

Beamish, F. E., siehe Currah, J. E.

Beattie, F. R. J. Colorimetrische Cholinbestimmung nach Ausfällung als Reineckat 6.

Beck, G. Nachweis von Aminosäuren, Ascorbinsäure und Zuckern 314. — Untersuchung von bei der Percuprimetrie entstehenden Abbauprodukten 67.

Beck, M. T. Papierchromatographie als molekül-spezifische Methode 120.

Belcher, R., und Gibbons, D. Gravimetrische Sulfatbestimmung 389.

Belcher, R., Gibbons, D., und Sykes, A. Bestimmung von Metallen in organischen Verbindungen 78.

Belcher, R., und Ingram, G. Mikrobestimmung des Schwefels in stickstoffhaltigen organischen Verbindungen 74. — Mikrobestimmung von Schwefel und Halogenen in organischen Verbindungen 75. — Schnellverbrennungsverfahren zur Schwefelbestimmung 69.

Belcher, R., Nutten, A. J., und Stephen, W. I. Mikrobestimmung von Schwefel in stickstoffhaltigen organischen Verbindungen durch Titration der gebildeten Schwefelsäure neben der Salpetersäure 74.

Belcher, R., und Robinson, J. W. Gravimetrische Kaliumbestimmung mit 12-Molybdänsäure-1-phosphorsäure 366.

Belfrage, E., siehe Agner, K.

Bentley, C. F., siehe Schroer, F. W.

Beran, P., Číhalík, J., Doležal, J., Simon, V., und Zýka, J. Polarographisches Verhalten von Au und Pd in Lösungen von Äthylendiamintartrat 436. — Polarographisches Verhalten von Au und Pd neben anderen Metallen 437.

Berg, P., und Schmechel, S. Wasserbestimmung 143.

Berggren, A., und Björling, C. O. Bestimmung der Tropa-Alkaloide an synthetischem Zeolith 447.

Berggren, A., und Nordberg. Bestimmung von Alkaloiden durch Extinktionsmessungen an Chromatogrammen 447. — Siehe auch Björling, C. O.

Bernsohn, E., siehe Wamser, C. A.

Bernstein, R. B., Semeluk, G. P., und Arends, C. B. Bestimmung von Dichlormethan, sym. Tetrachloräthan, Äthylentetrachlorid, Pentachloräthan, Hexachloräthan und Tetrachlorkohlenstoff durch Ultrarotspektroskopie und Massenspektrometrie 288.

Bewick, H. A., siehe Kenyon, O. A.

Beydon, J., und Fisher, C. Bestimmung der Oxyde von Tantal, Niob und Titan durch Aktivierungsanalyse 218.

Beyer, D. L., siehe Pearl, I. A.

Bhattacharya, H. Bestimmung von Nb, Ta und Ti nebeneinander 303.

Biefer, K. W., siehe Hadorn, H.

Bigeleisen, J., Perlman, M. L., und Prosser, H. C. Freisetzung von Wasserstoff zwecks Isotopenanalyse 366.

Biggs, D. A., und Bryant, L. R. Butterfettoxydation 235.

Biglino, G. Bestimmung des Chinolin- und Strychnin-N-oxydes durch Farbschwächung von Titan(III)-chloridlösung 141. — Bestimmung der N-Oxyde von Strychnin und Chinolin neben den entsprechenden Alkaloiden 141.

Biglino, G., und Borello, E. Infrarotabsorption der N-Oxyde von Chinin, Brucin und Codein 140.

Billet, F., siehe Fouchier, J.

Binkley, W. W., siehe McNeely, W. H.

Birks, L. S., Brooks, E. J., und Friedman, H. Röntgenstrahlen-Fluorescenzspektroskopie 213.

Björling, C. O., und Berggren, A. Chromatographische Bestimmung von Tropa-Alkaloiden 447. — Siehe auch Berggren, A.

Black, R. A., siehe Yoe, J. H.

Blackburn, S., und Robson, A. Radiochemische Bestimmung von α-Aminosäuren 225.

Blasius, E., und Wachtel, U. Die Trennung der Platinmetalle mit Hilfe stark basischer Anionenaustauscher 341 [Or]. — Siehe auch D'Ans, J.

Blažek, A. Amperometrische Bestimmung von Hydroxylamin 439. — Siehe auch Přibil, R.

Blumenthal, H. Trennung des Wismuts von Blei 263.

Bobtelsky, M., und Bar-Gadda, I. Photometrische Titration von Calcium mit Kaliumphthalat neben Magnesium 377.

Bock, S. M., siehe Alfin-Slater, R. B.

Bode, H. Systematische Untersuchungen über die Anwendbarkeit der Diäthyldithiocarbaminate in der Analyse. I. Mitteilung. Die Beständigkeit des Natrium-Diäthyldithiocarbaminates und seine Extrahierbarkeit in Abhängigkeit vom p_H-Wert der Lösung 414 [Or].

Böhme, H., und Strohecker, R. Chromatographische Trennung von Opiumalkaloiden 46. — Chromatographische Bestimmung von Morphin in Opium 448.

Böhme, H., und Winkler, O. Zur Bestimmung geringer Mengen Acetaldehyd 1 [Or].

Böltz, G., siehe Nielsch, W.

Bogner, H. Gehaltsbestimmung von Spiritus Menthae pip. 240.

Boissonnas, R. A. Zweidimensionale Papierchromatographie 446.

Boltz, D. F., siehe Telep, G.

Bonstein, T. E., siehe Lohr, L. J.

Booy, H., siehe Waterman, H. J.

Borello, E., siehe Biglino, G.

Borrel, M., und Pâris, R. A. p_H-Bereiche der Fällung von Oxinaten und Methyloxinaten 65.

Bos, J. H., siehe Ernsting, M. J. E.

Boucherle, A. Colorimetrische Eisenbestimmung mit α-Isonitrosoacetylessigsäure 394.

Bournot, K. Apparat zur Mikrobestimmung des ätherischen Öls in Drogen 240.

Boyle, A. J., siehe Zak, B.

Bozzi-Tichadon, M., siehe Dumazert, Ch.

Bradacs, L. K., Ladenbaum, I.-M., und Hecht, F. Radiochemische Bestimmung von Germanium 219.

Brandenberger, H., und Hanson, R. Spektrophotometrische Bestimmung der sauren und alkalischen Phosphatase 320.

Breitman, L., und Steacie, E. W. R. Ultrarotspektrometrische Bestimmung von Tetrachlorkohlenstoff und Chloroform neben Chloral 286.

Breker, E., siehe Koch, J.

Breusch, F. L., und Ulusoy, E. Colorimetrische Bestimmung von 2,3-ungesättigten Aldehyden 309.

Brewer, J. H. Anaerobenkulturen 438.

Březina, M., siehe Zuman, P.

Brice, B. A., Swain, M. L., Herb, S. F., Nichols jr., P. L., und Riemenschneider, R. W. Ermittlung von Konstanten von Linolsäuren und konjugierten Diensäuren nach Standardpräparaten 157.

Brissey, R. M. Analyse von Hochtemperatur-Legierungen durch Röntgenstrahlenfluorescenz 214.

Broda, E. Uranbestimmung mittels photographischer Emulsionen 392.

Brooks, E. J., siehe Birks, L. S.

Brown, E. G., und Hayes, T. J. Eisenbestimmung in mattierter Viscose-Kunstseide 154.

Brown, J. A. Papierchromatographische Bestimmung der Vitamine A und E 52.

Brown, J. A., und Marsh, M. M. Papierchromatographische Trennung der Vitamine der B-Gruppe 52.

Brückner, K. Apparat zur Bestimmung des ätherischen Öls in Drogen 239.

Brüggemann, I., Krauss, W., und Tiews, J. Maßnahmen gegen Störungen bei der spektrophotometrischen Bestimmung organischer Substanzen 179.

Brünger, K., siehe Geilmann, W.

Brun, G. Gravimetrische Lipoidbestimmung 400.

Brunerie, M., siehe Macheboeuf, M.

Bryant, L. R., siehe Biggs, D. A.

McBryde, W. A. E., siehe Currah, J. E.

Bryson, A., und Lowy, S. L. Zink-Cadmiumtrennung 379.

Bryson, A., siehe Richardson, M. R.

Buch, M. L., Montgomery, R., und Porter, W. L. Lösungsmittel zur papierchromatographischen Trennung organischer Säuren 47.

Buchholz, Y., und Smith, I. Fettbestimmung in Molkenkäse 236.

Buchwald, H., und Wood, L. G. Bestimmung von Kupfer in Mineralölen durch Ionenaustausch 59.

Bucklow, I. A., und Hoar, T. P. Polarographische Schnellanalyse von Wolfram-Kobalt-Legierungen 435.

Budde, M., siehe Skoog, D. A.

Budwig, H. P., siehe Kaufmann, H. P.

Büchi, J., und Furrer, F. Bestimmung von Alkaloiden durch Ionenaustausch 62.

Burley, R. A., siehe Papineau-Couture, G.

Burriel-Martí, F., Ramírez-Muñoz, J., und Fernández-Caldas, E. Indirekte colorimetrische Calcium- bzw. Oxalatbestimmung 377.

Burriel-Martí, F., und Saíz-del Rio, J. F. Polarographische Bestimmung von Cu, Cd, Ni und Zn in Bleisorten 433.

Burstall, F. H., und Mitarb. Einfluß der Solvatation auf die R_f-Werte von Halogeniden 121.

Burton, R. B., siehe Zaffaroni, Z.

Butler, A. M., siehe Talbot, N. B.

Butler, A. Q., und Ramsey jr., J. C. Titration von p-Aminosalicylsäure in nichtwäßriger Lösung 57.

Butscher, H., siehe Gorbach, G.

Butterworth, I. S. C., siehe Cannon, C. G.

Caldas, A., siehe Feigl, F.

Caley, E. R. Fällung des Caesiums zur colorimetrischen Bestimmung 368.

van Calker, J. Leuchtanregung im elektrischen Funken 204.

Campen, W. A. C., und Geerling, H. Apparatur zur Trennung der Zucker von Stärke und Dextrinen 227.

Cannon, C. G., und Butterworth, I. S. C. Beersches Gesetz und Spektrophotometerlinearität 288.

Canny, R. E. Aschebestimmung in fettfreiem Trockenmilchpulver 234.

Capitanio, V., siehe Semerano, G.

di Carlo, F. J., siehe Kogan, L.

Carlton, J. K., siehe Le Rosen, A. L.

Castaing, R. Apparat zur Mikroanalyse mit Elektronensonde 296.

Castaing, R., und Guinier, A. Mikroanalyse mit Elektronensonde 296.

Casteel, H. W., und Wender, S. H. Papierchromatographische Identifizierung von Flavonoiden 121.

Castiglioni, A. Farbreaktion auf Aceton neben Formaldehyd und Acetaldehyd 310.

Castiglioni, A., und Vietti, M. Über die chromatographische Analyse von Mischungen aus 2-Phenyl-chinolin-4-carbonsäure und Salicylsäure 15 [Or]. — Über die Piperazinbestimmung. VIII. Mitteilung. 18 [Or].

Cavallini, D., Frontali, N., und Toschi, G. Papierchromatographische Untersuchung von Ketosäuren im Blut 445.

Celsi, S. A. Herstellung von Natriumkobalt(III)-thiosulfat 366.

Central Bur. of Standards, den Haag. Standardisierung der Analysenmethoden für Milch und Milchprodukte 232.

Černichov, Ju. A., und Dobkina, B. M. Extraktion von Wolfram mit Na-diäthyldithiocarbaminat 414.

Černyi, A. T., und Podojnikova, K. V. Rationelle Analyse von Arsenerzen 460.

Chaikin, S. W. Volumetrische Bestimmung von Natrium- und Kaliumborhydrid 301.

Chaikoff, J. L., siehe Taurog, A.

Chakraburtty, A. K., Sen, D., und Rây, B. Colorimetrische Bestimmung von Uran mit Salicylamid 392.

Chambers, D. C., siehe Spies, J. R.

Chambon, M., und Geryot, H. Halbmikrobestimmung des Schwefels in organischen Substanzen 74.

Chang, W. H., Hossfeld, R. L., und Sandstrom, W. M. Papierchromatographische Trennung einfacher Phenole 50.

Chapman, R. A., siehe Ewart, M. H.

Chargaff, E., siehe Vischer, E.

Charlamov, I. P., siehe Šemjakin, F. M.

Charlot, G. Ultraviolett-spektrophotometrische Niob-Bestimmung neben Titan 302.

Chateau, H., siehe Pouradier, J.

Chopin, J. Salkowsky-Reaktion bei der Bestimmung von organischen Verbindungen 187.

Chow, D. T.-W., und Robinson, R. J. Colorimetrische Erkennung der Formen der Kieselsäure 301.

Christian, J. E., siehe Hutchins, H. H., sowie Pinajian, J. J.

Christomanos, A. A. Elektrophotometer zur Auswertung von Farbflecken von Aminosäuren auf Papierchromatogrammen 441.

Ciaranfi, E., und Fonnesu, A. Photometrische Mikrobestimmung von Essigsäure im Blut und in Geweben 399.

Číhalík, J., siehe Beran, P., sowie Tomíček, O.

Ciocalteu, V., siehe Folin, O.

Claessen, S. Trennung von Nylon-Polymeren an Celit 43.

La Clair, J. B. Bestimmung der HCH-Isomeren aus der Verseifungsgeschwindigkeit 190.

Clark, G. R., siehe Jones, J. H.

Clark, L. C., siehe Lappin, G. R.

Clarke, F. E. Titrimetrische Bestimmung von Chlor-Ionen in Wasser 150.

Clemo, G. R., und Swan, G. A. Bestimmung von D_2O in D_2O/H_2O- Gemischen 365.

Mc Clennan, M. L., siehe Wall, M. E.

Clevenger, J. F., Destillationsverfahren zur Bestimmung des ätherischen Öls in Drogen 240.

Coetzee, F. J. Titration von Zinksalzen mit Natronlauge 357.

Colaitis, D., und Lesbre, M. Halbmikrobestimmung von C und H in organischen Zinnverbindungen 132.

Cole, M. S., siehe Sheers, E. H.

Colon, A. A., und Frediani, H. A. Bestimmung von Äthanol in Diäthyläther durch Ultrarotabsorption 286.

Colpé, G., siehe Jakovliv, G.

Mc Comb, E. A., siehe Mc Cready, R. M.

Connally, R. E., und Leboeuf, M. B. Scintillationsspektrometer zur Bestimmung von radioaktiven Isotopen 215.

O'Connor, R. T., Heinzelman, D. C., Mc Kinney, R. S., und Pack, F. C. Bestimmung der Isomerisierung von Linolsäure und konjugierten Diensäuren 157.

O'Connor, R. T., Heinzelman, D. C., Pack, F. C., und Planck, R. W. Bestimmung von Linolsäure und konjugierten Diensäuren 156.

Consden, R., Gordon, A. H., und Martin, A. J. P. Verteilungskoeffizient organischer Säuren zwischen Wasser und organischen Lösungsmitteln 47.

Consden, R., und Stanier, W. M. Gerät zur Papierelektrophorese 290.

Cook, J. H., Follstad, H. C., und Fisher, W. W. Wassergehalt in amerikanischem Käse und Käsezubereitungen 236.

Cooley, M. L. Flammenphotometrische Bestimmung des Ca-Gehaltes in Futtermitteln 281.

Coulson, D. M., siehe Larson, F. C.

Coulson, E. J. Extrahierbarkeit des Natriumdiäthyldithiocarbaminates 414.

Mc Cready, R. M., und Mc Comb, E. A. Bestimmung von Gesamtpektin in Früchten 143.

Cremer, D., und Tiselius, A. Papierelektrophorese in feuchter Kammer unter Kühlung 294.

Cremer, E., und Müller, R. Berechnung von Säulen für die Gaschromatographie 543.

Cremer, E., und Prior, F. Berechnung von Säulen für die Gaschromatographie 453.

Cremer, H. D., siehe Eichhoff, H. J.

Cronheim, G., und Ware, P. A. Reaktion auf organische Basen 267.

Crook, E. M., siehe Altmann, S. M.

Cruess, W. V., siehe Kaloyereas, S. A.

Crummet, W. B., siehe Mc Nevin, W. M.

Csányi, L. J., und Solymosi, F. Cerimetrische Bestimmung von Wasserstoffperoxyd, Peroxyschwefelsäure (Caroscher Säure und Peroxydischwefelsäure nebeneinander 423 [Or].

Csendes, E., siehe Weyand, F.

Cunningham, B. B., siehe Sisco, R. C., sowie Tantranon, K.

Cunningham, M. N., siehe Donald, G. M. S.

Currah, J. E., und Beamish, F. E. Uranbestimmung 161.

Currah, J. E., Fishel, A., Mc Bryde, W. A. E., und Beamish, F. E. Colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen Ruthenium 304.

Curtius, Th., und Dedichen, G. M. Farbreaktion des 2, 4-Dinitrophenylhydrazons in alkalischer Lösung 1.

Cushman, M., siehe Wallace, W. M.

Čůta, F., und Velebil, Z. Potentiometrische Bestimmung von Hydroxyd und Hydrogencarbonat in Soda 297.

van Dalen, E., siehe de Vries, G.

Daller, W. Reduktion des Palladiumchlorkomplexes mit Essigsäure 347.

Datta, J. Bestimmung von Nitrat in anorganischen Salzen 386.

Datta, S. P., Dent, C. E., und Harris, H. Aufsteigende papierchromatographische Technik 446; siehe auch Altmann, S. M.

Daubert, B. F., siehe Speier, J. L.

Davidson, D. Sauerstoffnachweis in organischen Verbindungen 305.

Davis, W. W., siehe Parke, T. V.

Dean, J. A. Chromatographische Bestimmung von Kobalt mittels des Nitroso-R-salzkomplexes 41.

Decker, P. Auswertung der Chromatogramme von Porphyrinen 125.

Dedichen, G. M., siehe Curtius, Th.

Deibner, L. Apparatur zur Messung des Redoxpotentials in Weinen 145.

Delbecq, C. J., Glendenin, L. E., und Yuster, P. H. Erfassung kleiner Thalliummengen durch Aktivierung 216.

Demarez, A., siehe Meunier, F.

Denk, G., und Alt, J. Über eine alkalimetrische Bestimmungsmethode von Zink und Blei 357 [Or].

Dent, C. E., siehe Datta, S. P.

Deshmukh, G. S., und Joshi, M. K. Die Endpunktsanzeige durch Jodmonochlorid bei der Oxydation von Rhodanid durch Kaliumpermanganat 275 [Or].

Deshmukh, G. S., und Varkey, E. T. Gravimetrische Bestimmung von Wismut 388.

Desreux, V. Adsorption und Extraktion bei der Trennung von Nylonpolymeren an Celit 43.

Deutsch, A., Zuckermann, R., und Dunn, M. S. Apparatur zur Messung der Durchlässigkeit von Flüssigkeit im U.V.-Licht 363. — Chromatographische Reindarstellung von Nucleotiden 364.

Dewald, W., und Schmidt, H. Bestimmung von Pyro- neben Polymetaphosphat und von diesem neben Tripolyphosphat 159.

Diaz, F. O., siehe Strecker, W.

Dickey, E. E., siehe Pearl, I. A.

Diemair, W., und Manderscheid, G. Spektrophotometrische Bestimmung von organischen Substanzen 181. — Siehe auch Acker, L.

Dietz, J. H., und Rouse, A. H. Schnellbestimmung von Pektinstoffen in Citrussäften 144.

Dilworth, Occhalini und Payne, Entwicklung der Platten zur Uranbestimmung 393.

Dirkse, Th. P., siehe Faber, R.

Dische, Z. Hexuronsäurereaktion auf Pektinstoffe 144.

Dische, Z., und Laszlo, D. Milchsäurebestimmung 319.

Dittler, E. Reduktion von Eisen(III)- mit Zinn(II)-chlorid neben Metatitansäure 89.

Dittmann, G., siehe Eichhoff, H. J.

Doan, M., siehe Duval, C.

Dobkina, B. M., siehe Černichov, Ju. A.

Doisy, E. A., siehe Hoffmann, M. N.

Doležal, J., siehe Beran, P., sowie Přibil, R., Simon, V., und Tomíček, O.

Dollear, F. G., siehe Pack, F. C.

Domgörgen, H., siehe Goerderler, J.

Donald, G. M. S., Freeman, G. G., und Cunningham, M. N. Absinken des Reduktionswertes von mit Hefe nicht vergärbaren Substanzen in Melasse 150. — Aufbewahrung von mit Hefe vergorenen Substanzen zur Restzuckerbestimmung 151.

Mc Donnell, L. R., Silva, R. B., und Feeney, R. E. Amperometrische Bestimmung von Cystein und Sulfhydrylgruppen in Eiweißstoffen 441.

van Doorselaar, M., Kruse, J., und Gillis, J. Spektrochemische Analyse von Cu und Bronze 207.

Douglass, C. D., siehe Gage, T. B.

Douste-Blazy, L., Polonovski, J., und Valdiguié, P. Fraktionierte Papierchromatographie der Lipide 126.

Dubbs, C. A. Apparatur zur Bestimmung von Deuterium 365.

Dubrovo, S. K. Einfluß der Kieselsäure auf die Aluminiumbestimmung nach der o-Oxychinolinmethode 381.

Dubský, J. V., Okáč, A., und Okáč, B. Zusammensetzung der Wismutthiocarbamidkomplexe 265.

Duget, G., und Kahane, E. Bestimmung von Cholin neben Begleitstoffen 9.

van Duin, H. Lineare Abhängigkeit des Logarithmus des Retentionsvolumens homologer Reihen 442. — Verteilungschromatographie homologer Reihen 442.

Dumazert, Ch., und Bozzi-Tichadon, M. Gravimetrische Caseinbestimmung in Milch 235.

Dunkley, W. L., und Jennings, W. G. Thiobarbitursäuretest zur Untersuchung der Butterfettoxydation 235.

Dunn, M. S., siehe Deutsch, A.

Dunne, T., siehe Monte Bovi, A. J.

Dupuis, Th. Bestimmung von Kalium mit Lithiumhexanitrokobaltiat 298.

Durant, J. A. Papierchromatographie auf mit Natriumcarbonat imprägniertem Papier 444.

Dutton, G. G. S., siehe Kilgour, G. L.

Duval, C. Beständigkeit von wasserfreiem Calciumoxalat 299.

Duval, C., und Doan, M. Colorimetrische Bestimmung von Caesium 368.

Dvořák, J., Grubner, O., und Spurný, Z. Methode und Apparatur der Gegenstromelektrophorese auf Papier 291.

Eastland, C. J., Lawday, D. P., und Sellwood, E. H. B. Chemische Bestimmung der chloroformlöslichen Digitalisglucoside 464.

Eberhard, R., siehe Fleury, S.

Eckardt, D., siehe Holleck, L.

Eckmann, B. Farbreaktion von Pteroylglutaminsäure auf Papierchromatogrammen 362.

Eddy, C. R., Wall, M. E., und Scott, M. K. Ultraspektrometrische Bestimmung steroider Sapogenine 287. — Siehe auch Wall, M. E.

Eeckhout, J., siehe Hoste, J.

Egriwe, E. Bestimmung von Acetaldehyd mit p-Oxydiphenyl 320.

Eichhoff, H. J., Dittmann, G., und Cremer, H. D. Spektrochemische Bestimmung von Mg in Zähnen 212.

Eichholz, G. G., Hilborn, J. W., und Mc Mahon, C. Radiometrische Uran- und Thoriumbestimmungsmethoden 221.

Elkington, J. R., siehe Wallace, W. M.

Ellis, K. W., und Gibson, N. A. Colorimetrische Mikrobestimmung von Kupfer 373.

Elving, Ph. J., und Zook, W. C. Bestimmung von Blei als Sulfat aus homogener Lösung 302.

Enenkel, H. J., siehe Turba, F.

Engel, W., siehe Mendel, B.

Englis, D. T., und Miles, J. W. Colorimetrische Bestimmung von Fructose und Sorbose 151.

Erdey, L. Lucigenin als neuer Luminescenz-Indicator 284. — Reaktionsmechanismus von Luminescenz und Aktivierungsenergie 285. — Untersuchung des Mechanismus der spontanen Zersetzung des Wasserstoffperoxyds mit Hilfe von Luminescenzindicatoren 285.

Erdey, L., und Jankovits, L. Apparatur zur Zerstörung organischer Stoffe mit Salpetersäure und Wasserstoffperoxyd 131.

van Erkelens, P. C. Radiometrische Bestimmung von Metallspuren auf Chromatogrammen 222.

Erler, K. Einfluß von Natriumbromid auf die photometrische Bestimmung von Kupfer mit Bromwasserstoffsäure 96.

Ernst, G., siehe Acker, L.

Ernsting, M. J. E., Rekker, R. F., Bos, J. H., und Nauta, W. Th. UV-spektrophotometrische Analyse von 3, 3, 5-Trimethyl-cyclohexylmandelat 463.

Eswaranarayana, N. Trennung von Thorium von den Ceriterden mit 7-Oxycumarin-4-essigsäure 386.

van Etten, C. H., und Wiele, M. B. Mikroanalyse von Salzen durch Ionenaustausch 61.

Ewart, M. H., und Chapman, R. A. Identifizierung von Stabilisatoren mit Polysaccharidcharakter 142.

Faber, R., und Dirkse, Th. P. Störungen der colorimetrischen Kaliumbestimmung mit Dipikrylamin 367.

Faraone, G. Uranbestimmung mittels photographischer Emulsion 392.

Farmilo, Ch. G., siehe Levi, L.

Mc Farren, E. F. Auschaltung des Fehlers durch Ammoniak bei der papierchromatographischen Aminosäurebestimmung 48.

Fassel, V. A., Howard, A. M., und Anderson, D. Spektrochemische Reinheitsprüfung des Zirkonmetalls 210.

Faucherre, J. Qualitativer Nachweis der Erdalkalimetalle 378.

Fedoseev, P. N., und Pavlenko, M. M. Kohlenstoff- und Wasserstoffbestimmung in Schwefel und Stickstoff enthaltenden organischen Substanzen 69.

Feeney, R. E., siehe Mc Donnell, L. R.

Feigl, F. Mikronachweis von Quecksilber in organischen Substanzen 136. — Organische Tüpfelanalyse 296. — Tüpfelreaktionen zur Trennung von Lebensmittelfarbstoffen auf Papierchromatogrammen 445.

Feigl, F., und Caldas, A. Empfindlicher Tüpfeltest auf Kupfer 369. — Gewichtsanalytische Kupferbestimmung mit Alizarinblau 370.

Feinsilver, L., und Oberst, F. W. Mikrobestimmung von Chlorpikrindämpfen in der Luft 316.

von Fellenberg, Th. Titrimetrische Stärkebestimmung in Lebensmitteln 147. — Bestimmungsmethode für Saccharose und Melezitose 229.

Fernández-Caldas, E., siehe Burriel-Martí, F.

Fernell, W. R., und King, H. K. Nebeneinanderbestimmung von Pentosen und Hexosen 151.

Field, E., und Oldach, C. S. Wismutsulfidsol, Reagens zur colorimetrischen Sulfidbestimmung 388.

Fischel, A., siehe Currah, J. E.

Fisher, C., siehe Beydon, J.

Fisher, W. W., siehe Cook, J. H.

Flaschka, H. Bestimmung von Kobalt mit Komplexon(III)-lösung 83. — Bestimmung des Bleigehaltes von Bleiessig 229.

Fletcher, M. H., siehe White, Ch. E.

Fleury, M. P. Nachweis funktioneller Gruppen mit Überjodsäure 307.

Fleury, S., und Eberhard, R. Caseinbestimmung in Kuhmilch 234.

Florentin, D. Analysenmethoden für Wein 145.

Foley, L. P., siehe Frampton, V. L.

Folin, O., -Ciocalteu-Reagens, Sprühmittel zur papierchromatographischen Erfassung der Oestrogene 128.

Folkes, B. F. Bestimmung von Alanin und Threonin in Eiweißhydrolysaten 320.

Follstad, H. C., siehe Cook, J. H.

Fonnesu, A., siehe Ciaranfi, E.

Foote, H. W., und Vance, J. E. Jodometrische Kupferbestimmung 372.

de Ford, D. D. Abtrennung des Rutheniums als Tetroxyd 304.

Ford, J. J., siehe Fritz, J. S.

Forrest, R. S., siehe Trevelyan, W. E.

Forter, W., und Karrer, P. Papierchromatographisches Verhalten der Flavine 362.

Fouchier, J., und Billet, F. Fachwörterbuch für Chemie 432 [L].

Frampton, V. L., Foley, L. P., Smith, L. L., und Malone, J. G. Quantitative Bestimmung von Zukkern und Cellulose 313.

Franck, R., siehe Merz, K. W.

Frankenburg, W. G. Papierchromatographische Identifizierung von Tabakalkaloiden 123.

Frankenburg, W. G., Gottscho, A. M., Mayard, E., und Tso, T. C. Papierchromatographische Identifizierung von Tabakalkaloiden 123.

Fraser, D., und Higgins, H. G. Spektrophotometrische Bestimmung von Aminogruppen mit diazotierter Sulfanilsäure 307.

Frauenfelder, L. J., siehe Lohr, L. J.

Frediani, H. A., siehe Colon, A. A.

Freeman, G. G., und Morrison, R. I. Bleiacetat zur Haltbarmachung von vergorenen Lösungen vor der Restzuckerbestimmung 151. — Siehe auch Donald, G. M. S.

Freiser, H., siehe Walter, J. L.

Freund, H., und Miner, F. J. Bestimmung von Aluminium in Zirkonium durch Ionenaustausch 58.

Frey, H., siehe Scheibe, E.

Freytag, H. Über die Anwendung der „Künstlichen Höhensonne — Original Hanau" in der qualitativen Analyse. III. Mitteilung. Nachweis von Barbitursäure, 2-Thiobarbitursäure und Pyridin 12 [Or]. — Analytische Nachweise mit der künstlichen Höhensonne 13.

Fricker, A., siehe Schober, R.

Fried, R. Papierelektrophoretische Bestimmung von Vitamin B_1 in Gegenwart fluorescierender Substanzen 294.

Friedemann, T. E., und Haugen, G. E. Abtrennung der Ketosäuren aus dem Blut als Hydrazone 444. — Siehe auch White, Ch. E.

Friedman, H., siehe Birks, L. S.

Fritz, J. S., und Ford, J. J. Thoriumbestimmung durch Titration mit Komplexon(III)-lösung 457.

Fritz, J. S., und Keen, R. T. Titration von Phenolen in nicht wäßriger Lösung 57.

Frontali, N., siehe Cavallini, D.

Frost, A. A., siehe Kalkwarf, D. R.

Fuchs, H. J. Milchsäurebestimmung 319.

Fuchs, J., siehe von Zeppelin, H.

Furrer, F., siehe Büchi, J.

Gad, G., und Manthey, M. Titration von Chlor-Ionen in Wasser 150.

Gage, T. B., Douglass, C. D., und Wender, S. H. Papierchromatographische Identifizierung von Flavonoiden 121.

Gagliardo, E., und Körner, M. Amperometrische Titration von Kupfer mit Kaliumäthylxanthogenat 439.

Gantzckow, H. Geräte zur Überwachung des Entladungskreises von Funkenerzeugern 206.

Garach, J. Analytische Anwendungen der Ultrarotspektrographie 285.

Garber, E. B., Pease jr., L. E. D., und Luder, W. F. Titration protonenloser Säure in Thionylchlorid 57.

Garhammer, C. L., siehe Schwerd, W.

Garschagen, H., siehe Asmus, E.

Gaspar y Arnal, T. Herstellung von Natriumcalciumcyanoferrat(II) 366.

Gavrilova, E. A., siehe Šamraj, E. F.

Gebauhr, W., siehe Geilmann, W.

Gedda, K., siehe Miller, F. F.

Geerling, H., siehe Campen, W. A. C.

Geilmann, W., und Brünger, K. Germaniumbestimmung 219.

Geilmann, W., und Gebauhr, W. Zum qualitativen Nachweis von Kalium, Rubidium und Caesium auf nassem Wege: eine kritische Betrachtung 241 [Or].

Gentry, C. H. R., und Sherrington, L. G. Aluminiumbestimmung 168.

Genung, L. B., siehe Malm, C. J.

Gerritsma, K. W., und Koers, J. Bestimmung von Theobromin in Kakaorückständen 238.

Gertner, A., und Iveković, H. Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs in wäßrigen Lösungen 36 [Or].

Geryot, H., siehe Chambon, M.

Gey, F., siehe Markees, S.

Ghe, A. M., siehe Venturello, G.

Gibbons, D., siehe Belcher, R.

Gibson, N. A., siehe Ellis, K. W.

Gierlinger, W., siehe Koren, H.

Gillis, J., siehe Hoste, J., sowie van Doorselaar, M.

Giri, K. V., und Rao, N. A. N. Ringpapierchromatographie 47.

Githens, R. E., siehe Martens, R. J.

Glendenin, L. E., siehe Delbecq, C. J.

Gleu, K., und Schwab, R. Darstellung von Natriumpyrrolidindithiocarbaminat 26. — Zersetzlichkeit des Natriumdiäthyldithiocarbaminates 414.

Goedbloed, L. A. Ausscheidung des Fehlers durch Eisen(III)-Ionen beim Nachweis von Cu, Co und Ni mit Isochinolinammoniumrhodanid 375.

Goerderler, J., und Domgörgen, H. Sauerstoffnachweis in organischen Verbindungen 305.

Goldbach, H.-J., und Opfer-Schaum, R. Nachweis von für sich und mit Wasserdampf flüchtigen Giften 160.

Goldin, A. S., Nader, J. S., und Setter, L. H. Nachweis radioaktiver Verunreinigungen in Wasser 220.

Goldschneider, I., siehe Mendel, B.

Gonder, K. L., siehe Hofmann, K. A.

Goon, E., Petley, J. E., Mc Mullen, W. H., und Wiberley, S. E. Fluorimetrische Bestimmung von Al mit 8-Oxychinolin 383.

Gorbach, G. Geräte zur Bestimmung der Stärke durch Hydrolyse 153.

Gorbach, G., und Butscher, H. Rohfaserbestimmung nach dem Weender Verfahren 156.

Gorbach, G., und Schäfer, P. Bestimmung der Stärke als Zucker nach Hydrolyse 153.

Gorbach, G., und Turjanskyj, J. Bestimmung von Stärke durch Säurehydrolyse 153.

Gordon, A. H., siehe Consden, R.

Gotô, H. Uranbestimmung 161.

Gottschalk, G., siehe Holzapfel, L.

Gottscho, A. M., siehe Frankenburg, W. G.

Graff, J., und Rittenberg, D. Apparatur zur Bestimmung von Deuterium 365.

Grandjean, H.-H. Bestimmung der Jodzahl von Fetten und Ölen 317.

Grassmann, W., und Hannig, K. Kontinuierliche Papierelektrophorese 294.

Grau, R., Hamm, R., und Baumann, A. Nachweis phosphathaltiger Brätzusatzmittel in Fleischerzeugnissen 237.

Grauer, A., siehe Neuberg, C.

Mc Gregor, R. R., siehe Speier, J. L.

Gregorio, E., siehe Sersale, R.

Griebel, C., und Weiss, F. Mikrobecherverfahren 160.

Griess, W., siehe Machemer, H.

Griffiths, J., James, D., und Phillips, C. Chromatographische Trennung leicht verdampfender organischer Gemische an Holzkohle 448.

Griffon, H., und Romano, C. Papierchromatographischer Nachweis und Trennung von Strychnin, seinen Derivaten und Brucin 123.

Grillot, E., siehe Bancie-Grillot, M.

de Groot, A. P., und Mighorst, J. C. A. Destillationsapparat zur N-Bestimmung nach Kjeldahl 72

Grosheim-Krysko, K. W. Verhinderung der Bleifällung mit Thiocarbamid durch Weinsäure 256.

Gross, D., und Albon, N. Chromatographische Bestimmung von Raffinose in Rohzucker 44.

Grossfeld, J., siehe Baumann, C.

Grossman, S., siehe Haslam, J.

Grossmann, H., und Hölter, L. Verlauf der Oxydation von Rhodanid mit Kaliumpermanganat 275.

Grube, G., und Kesting, E. Gleichgewicht des Chlorkomplexes des Rhodiums mit einem kationischen Rhodiumchlorid 346.

Grubhofer, N., und Schleith, L. Spezifisch wirkende Ionenaustauscher 64.

Grubner, O., siehe Dvořák, J.

Grunbaum, B. W., und Kirk, P. L. Herstellung von Normallösungen durch Ionenaustauschharze 128.

Grunbaum, B. W., Schöninger, W., und Kirk, P. L. Herstellung von KOH-Lösungen von konstantem Titer durch Ionenaustauschharze 128.

Grund, H., siehe Krauss, W.

Guinier, A., siehe Castaing, R.

Gundersen, F. O., Heiz, R., und Klevstrand, R. Bestimmung von Alkaloiden in Tabletten durch Ionenaustausch 63.

Das Gupta, R. N. Uranbestimmung 161.

Guzatis, H., siehe D'Ans, J.

Gyenes, I. Bestimmung des Glucoalkaloids Tomatin in Tomaten 239.

de Haan, H., siehe Nieman, C.

ter Haar, K., und Bazen, J. Komplexometrische Bestimmung von Aluminium 457. — Titration von Komplexon III mit Thoriumnitratlösung 456. — Komplexometrische Bestimmung von Wismut 457.

Habermann, E., Müller, W., und Schreglmann, A. Papierchromatographische Charakterisierung von Stoffen der Digitalisgruppe 125.

Hadorn, H. Bestimmungsmethoden von Zuckern in Honig 229.

Hadorn, H., und Biefer, K. W. Stärkebestimmung in Lebensmitteln 147.

Hadorn, H., und Jungkunz, R. Ermittlung des Eigehaltes von Eierteigwaren 236.

Hänni, H. Bestimmung von Kupfer und Eisen in Milch und Milchprodukten 233.

Hänsel, R., siehe Hörhammer, L.

Härtel, J., siehe Schenck, G.

Hahn, R. B. Qualitative Halbmikrotrennung von Ca und Sr 378.

Haldeman, R. G. Bestimmung von D_2O in D_2O/H_2O-Gemischen 364.

Haller, H. L., siehe Schechter, M. S.

Halpern, A., siehe Monte Bovi, A. J.

Halpern, J. Potentiometrische Titration uranhaltiger Carbonatlösung 390.

Hamilton, R. H. Verdrängungsspektrophotometrie 289.

Hamm, R., siehe Grau, R.

Hanes, C. S., und Isherwood, F. A. Papierchromatographische Trennung von Phosphatestern 125.

Hannig, K., siehe Grassmann, W.

Hansen-Schmidt, E., siehe Kaufmann, H. P.

Hanson, R., siehe Brandenberger, H.

Hanuš. Jodzahlbestimmung 317.

Harris, F. J., siehe Raistrick, B.

Harris, F. J. T. Colorimetrische Bestimmung von Fructose und Sorbose 151.

Harris, H., siehe Datta, S. P.

Harris, W. E., siehe Kolthoff, I. M.

Harrison, J. S., siehe Trevelyan, W. E.

Harrow, L. S., siehe Jones, J. H.

Harteck, P. Bestimmung von D_2O in D_2O/H_2O-Gemischen 365.

Hartinger, L., siehe Holleck, L.

Hartkamp, H., siehe Specker, H.

Hartleif, G., Spektroskopische Aluminiumbestimmung im Stahl 171.

Hartler, N., und Samuelson, O. Ionenaustausch in Lösungen, die Oxydationsmittel enthalten 58.

Hartley, H. E. R., siehe Milbourn, M.

Hartmann, H., und Bäthge, G. Nitratbestimmung mit Dicyclohexylthallium(III)-Ionen 387.

Harvey, A. E., und Manning, D. L. Zusammensetzung des Eisentironkomplexes 289.

Hashimoto, Y., und Shimizu, Sh. Papierchromatographische Trennung von Zwischenprodukten von Lebensmittelfarbstoffen 445.

Haslam, J., Grossman, S., Squirrel, D. C. M., und Loveday, S. F. Nachweis von Weichmachern oder Stabilisatoren in Polymethylacrylaten und Mischpolymerisaten von Methylmethacrylat und Äthylacrylat 155.

Hastings, A. B., siehe Avery, B. F.

Hastings, S. H., Watson, A. T., und Anderson jr., J. A. Ultrarotspektroskopische Untersuchung höher siedender Kohlenwasserstoffgemische 285.

Hastings, T. J., und Indiani, A. Herstellung von 12-Molybdänsäure-1-phosphorsäure 366.

Haugen, G. E., siehe Friedemann, T. E.

Hawley, D. W., siehe Silvermann, L.

Hayek, E. Potentiometrische Titration von Bleisalzen 357, 359.

Hayes, J. R., siehe Martin, J. R.

Hayes, R. A., siehe Schechter, M. S.

Hayes, T. J., siehe Brown, E. G.

Hecht, F., und Bartelmus, G. Germaniumbestimmung 219. — Siehe auch Bradacs, L. K.

Hegnauer, R. Bestimmung von Geosid in Wurzeln von Geum-Arten 463.

Heinerth, E. Erkennung der Phosphate in Waschmitteln 158.

Heinzelman, D. C., siehe O'Connor, R. T.

Heiz, R., siehe Gundersen, F. O.

Hemala, M. Polarographische Bestimmung von Bromid 435.

Herb, S. F., siehe Brice, B. A.

Herington, E. F. G. Bestimmung von Isonicotinsäure 315.

Herman, M., siehe Tomíček, O.

Hermon, S. E., siehe Mills, E. C.

Heros, M. Fluorescenz in der Analyse funktioneller Gruppen 284.

Hershey, F. B., siehe Thomas, E. D.

Heymann, E., und Rabinov, G. Bestimmung des Carboxylgehaltes oxydierter Stärke 153.

Higgins, H. G., siehe Fraser, D.

Hilborn, J. W., siehe Eichholz, G. G.

Hinsvark, O. N., Wittwer, S. H., und Sell, H. M. Flammenphotometrische Bestimmung von Ca, Sr und Ba 282.

Hoar, T. P., siehe Bucklow, I. A.

Hockenhull, D. J. D. Sprühreagens in der Papierchromatographie von Kohlenhydraten und Polyalkoholen 443.

Högl, O., siehe Portner, C.

Hök, B. Colorimetrische Bestimmung kleiner Uranmengen mit Oxin 391.

Hölter, L., siehe Grossmann, H.

Hörhammer, L., und Hänsel, R. Quercetin-Borsäure-Oxalsäureverbindung, analytisches Reagens 336.

Hörhammer, L., Hänsel, R., und Strasser, F. Borsäureverbindungen der Flavone als analytische Reagenzien 335.

Hoffmann, M. N., Thayer, S. A., und Doisy, E. A. Papierchromatographische Trennung der Oestrogene 128.

Hofmann, H., und Staudinger, Hj. Papierchromatographische Corticosteroidbestimmung 127.

Hofmann, K. A., und Gonder, K. L. Zusammensetzung des Wismutthiocarbamidkomplexes 265.

Hoggan, G. D., siehe Key, C. W.

Hohn, H. Polarographische Bestimmung von Cu, Cd, Ni und Zn 433.

Holleck, L., Hartinger, L., und Eckardt, D. Photometrische Bestimmung der seltenen Erden 385.

Holliday, M., siehe Wallace, W. M.

Holzapfel, L., und Gottschalk, G. Silicium- und Halogen-Schnellanalysenverfahren für fluorhaltige siliciumorganische Verbindungen. Organische Kieselsäureverbindungen. XXVII. Mitteilung. 115 [Or].

Holzbecher, Z. Nachweise von Aluminium durch Fluorescenz 380.

Hoppe-Seyler/Thierfelder, Handbuch der physiologisch- und pathologisch-chemischen Analyse. Für Ärzte, Biologen und Chemiker. 10. Aufl. Bd. I. 396 [L]

Hossfeld, R. L. Verteilungschromatographie von Phenolen 50. — Siehe auch Chang, W. H.

Hoste, J., Eeckhout, J., und Gillis, J. Spektrophotometrische Kupferbestimmung mit Cuproin 374.

Hotchkiss, R. D. Papierchromatographische Identifizierung von Glucan 229.

Howard, A. M., siehe Fassel, V. A.

Hugentobler, F., siehe Wunderly, Ch.

Hugo, T. J., siehe Strasheim, A.

Hume, D. N., siehe Linde, H. W.

Hummel, J. P., siehe Ruliffson, W. S.

Hutchings, B., und Stokstad, E. L. R. Reduktion von Pteroylglutaminsäure 362.

Hutchins, H. H., und Christian, J. E. Trennung von Sulfonamiden durch Ionenaustauschchromatographie 63.

Hutschenreuter, R. Bestimmung von Salicylsäure in Lachsersatz 238.

Hutton, G. H., siehe Throckmorton, W. H.

Içel, M., siehe Kauko, Y.

Illing, E. T. Anwendung der Mohlerschen Reaktion auf die Bestimmung von Benzolyperoxyd in Mehl und Brot 149.

Indiani, A., siehe Hastings, T. J.

Ingram, G. Mangandioxyd als Absorptionsmittel in der Mikroelementaranalyse 69. — Mikrobestimmung von Stickstoff in organischen Verbindungen 71. — Siehe auch Belcher, R.

Isherwood, F. A., siehe Hanes, C. S.

Iveković, H., siehe Gertner, A.

Iwanow-Emin, B. N., siehe Alimarin, I. P.

Jäger, R., siehe Acker, L.

Jakob, J. Bestimmung von Fe und Ti nach Reduktion mit Zink 89.

Jakovliv, G., und Colpé, G. Untersuchung der künstlichen Färbung von Obsterzeugnissen durch doppelte Säulenchromatographie 145.

James, A. T., und Martin, A. J. P. Chromatographische Trennung isomerer Hexane und Heptane 448. — Gaschromatographische Trennung flüchtiger Fettsäuredämpfe 449. — Chromatographische Trennung von 3 Aminen aus einem Gemisch von 4 Aminen 451.

James, C., siehe Smith, T. O.

James, D., siehe Griffiths, J.

Janák, J. Chromatographische Halbmikroanalyse von Gasen 453. — Chromatographische Trennung von gasförmigen Paraffinen 454.

Janák, J., und Páralová, I. Gaschromatographische Bestimmung von in Wasser gelösten indifferenten Gasen 454.

Jának, J., und Rusek, M. Gaschromatographische Trennung von ungesättigten Kohlenwasserstoffen 454.

Jankovits, L., siehe Erdey, L.

Janowskaja, Tsch. Ja., siehe Alimarin, I. P.

Janz, G. J., und Solomon, R. Unterscheidung verschiedener Alkylpyridine 215.

Jeffrey, R. N., siehe Tso, T. C.

Jennings, W. G., siehe Dunkley, W. L.

Jensen, E. Colorimetrische Bestimmung von Kobaltspuren in pflanzlichem Material 41.

Jensen, K. B., siehe Svendsen, A. B.

Jevinš, A. F., und Ozol, Ja. K. Maßanalytische Kaliumbestimmung 298.

Jewsbury, A. Bestimmung von wenig Cu neben Ni 375.

Jimeno-Martin, L. Hilfsionisation durch Flammen bei der spektrographischen Analyse von Kanonenbronze 205.

Jindra, A., und Motl, O. Ionenaustauscher in der Pharmazie 62.

Job, P. Zusammensetzung des Urankomplexes mit R-Salz 163.

Johnson, E. I., und King, J. Bestimmung der Acidität der Milch 233.

Johnson, M. J., siehe Olson, B. H.

Jones, J. H., Clark, G. R., und Harrow, L. S. Variable Bezugslösungen in der Absorptionsspektrophotometrie 289.

de Jong, J. I. Bestimmung von Formaldehyd in Gegenwart von Phenolen und Phenolalkoholen 309. — Bestimmung von Methylolgruppen in Harnstoff-Formaldehyd-Kondensaten 155.

de Jong, J. I., und de Jonge, J. Hydrolyse von Harnstoff-Formaldehyd-Kondensaten 155.

de Jonge, J., siehe de Jong, J. I.

Joshi, G. V., siehe Airan, J. W., sowie Deshmukh, G. S.

Jouanneteau, J., siehe Zwingelstein, G.

Juckenack, A., und Pasternack, R. Bestimmung von Stärkesirup 147.

Jungkunz, R., siehe Hadorn, H., sowie Pritzker, J.

Jureček, M., und Večeřa, M. Identifizierung von Alkylhalogeniden, O-Alkyl- und N-Alkyl-Gruppen 139.

Kácl, K., und Ledvina, M. Papierchromatographische Bestimmung der Aminosäuren im Käse 48.

Kahane, E., siehe Duget, G.

Kainz, G., und Resch, A. Volumetrische Mikrobestimmung von Se in organischen Substanzen 137.

Kaji, A., siehe Oda, N.

Kalkwarf, D. R., und Frost, A. A. Ultrarotstrahlung zur Feststellung farbloser Substanzen auf Papierchromatogrammen 441.

Kaloyereas, S. A., und Cruess, W. V. Refraktometrische Schnellmethode zur Bestimmung des Ölgehaltes in Oliven 235.

Kao, Sh. Sh., und Woodland, W. C. Reaktionsgleichgewicht bei der Bestimmung von N nach Dumas 71.

Kaplow, L., siehe Sims, A. H.

Karrer, P., siehe Forter, W.

Kauczor, H.-W., siehe Rost, F.

Kaufmann, H. P., Budwig, J., und Schmidt, C. W. Papierchromatographische Trennung verschiedener Öle 54.

Kaufmann, H. P., und Hansen-Schmidt, E. Potential zwischen Pt- und Ag-Elektrode bei der Aldehydbestimmung 310.

Kaufmann, H. P., und Rosenmund, K. W., Bestimmung der Jodzahl 317.

Kauko, Y., und Içel, M. Eine einfache und schnelle Methode zur Ermittlung des Kohlenmonoxydes in der Luft 401 [Or].

Kavanagh, F., siehe White, Ch. E.

Keeler, R. A., siehe Wamser, C. A.

Keen, R. T., siehe Fritz, J. S.

Kehl, R., und Stich, W. Papierchromatographische Bestimmung von Porphyrinen in biologischem Material 125.

Keicher, K., siehe Wittig, G.

Kemmerer, G., siehe Robinson, R. J.

Kenney, A. P., Colorimetrische Bestimmung organischer Substanzen 188.

Kent-Jones, D. W., siehe Knight, R. A.

Kenyon, O. A., und Bewick, H. A. Photometrische Al-Bestimmung in Alkalihydroxyden 383.

Kesting, E., siehe Grube, G.

Keutmann, E. H., siehe Zaffaroni, Z.

Key, C. W., und Hoggan, G. D. Spektrochemische Bestimmung von Verunreinigungen von Crackkatalysatoren 207.

Kick, H. Kombinationen mehrerer Filter in der Flammenphotometrie 279.

Kiermeier, F., siehe Thaler, H.

Kilgour, G. L., und Dutton, G. G. S. Erkennung von Farbflecken von Zuckern auf Papierchromatogrammen mittels photographischer Kopien 443.

King, H. K., siehe Fernell, W. R.

King, J., siehe Johnson, E. I.

Mc Kinley jr., J. D., siehe Ma, T. S.

Mc Kinney, R. S., siehe O'Connor, R. T.

Kinnunen, J. Elektrolytische Kupferbestimmung 371.

Kirby, H. M., siehe Williams, R. J.

Kirchner, J. G., siehe Miller, J. M.

Kirk, M. R., siehe Kritchevsky, D.

Kirk, P. L., siehe Grunbaum, B. W., sowie Sisco, R. C.

Kirkpatrick, H. F. W. Bestimmung des Jods im Blutserum 397.

Kirsten, W. Entwicklung der quantitativen organischen Mikroanalyse 68. — Hochtemperaturöfen zur organischen Elementaranalyse 68. — Reaktionen bei der N-Bestimmung nach Dumas 71.

Kisieleski, W. E., siehe Sato, T. R.

Klein, E. Bestimmung von Jod in Blut 396. — Jodbestimmung in stark wasserhaltigen organischen Materialien 396.

Klevstrand, R., siehe Gundersen, F. O.

Klumpp, M. E., siehe Wall, M. E.

Knight, R. A., und Kent-Jones, D. W. Bestimmung von Benzoylperoxyd in Mehl und Brot 149.

Koch, J., und Breker, E. Bestimmung der Aromazahl bei naturreinen Apfel- und Traubensäften 144.

König, J., siehe Wöhler, L.

König, W. Reaktion organischer Substanzen mit Chlorcyan 13.

Körner, K. F. Eine neue Technik der Ausführung der Cronheim-Wareschen Reaktion 267 [Or].

Körner, M., siehe Gagliardo, E.

Kőrös, E., siehe Schulek, E.

Koers, J., siehe Gerritsma, K. W.

Kofler, L., und Wannenmacher, R. Trennen und Reinigen organischer Substanzen durch Absaugen der eutektischen Schmelze 160.

Kogan, L., di Carlo, F. J., und Maynard, W. E. Papierchromatographische Trennung und Bestimmung von Coffein und Trigonellin in Kaffee 123.

Kohlman, T. P., siehe Ames, D. P.

de Kok, W. J. C., und Waterman, H. J. Beziehung zwischen spezifischer Refraktion und Molekulargewicht 138.

Kolachov, P., siehe Pan, S. C.

Kolb, J. J., und Toennies, G. Colorimetrische Cystinbestimmung nach Hydrolyse 400.

Kolthoff, I. M., und Barnum, C. Polarographische Bestimmung von Thioglykolsäure, Cystein und Glutathion 438.

Kolthoff, I. M., und Harris, W. E. Amperometrische Bestimmung von Mercaptanen 155.

Kolthoff, I. M., Stricks, W., und Morren, L. Amperometrische Bestimmung von N in organischem Material 439.

Komenda, J. Papierchromatographische Erkennung der Pteroylglutaminsäure 362.

Koren, H., und Gierlinger, W. Überprüfung verschiedener Reagenzien zur Sulfidbestimmung 388.

Koretsky, H., siehe Monte Bovi, A. J.

Kovarik, A. F., und Adams jr., N. I. Strahlung des Urans 393.

Kraft, D. Papierchromatographische Trennung von Tabakalkaloiden 122.

Krainick, H. G., siehe Zacherl, M. K.

Krauss, L., siehe Brüggemann, I.

Krauss, W., und Grund, H. Kritische Bemerkungen zur colorimetrischen Bestimmung organischer Substanzen vermittels polarisierter Zustände insbesondere im biologischen Material 173 [Or]. — Wirksamkeit von Elektronenpaaren des Sauerstoffes für die Rotverschiebung der Absorption 174. — Spektrale Absorption von Primärkomplexen organischer Verbindungen 175.

Kravčenko, V. V., siehe Šamraj, E. F.

Krieg, A. Fortschritte auf dem Gebiet der Fluorescenzanalyse 283.

Kritchevsky, D., und Kirk, M. R. Papierchromatographische Trennung von Steroiden 126.

Kruse, F. H., Sanftner, R. W., und Suttle, J. F. Tellurbestimmung in organischen Substanzen 137.

Kruse, J., siehe van Doorselaar, M.

Kubias, J., und Pilný, S. Bestimmung von Crotonaldehyd in Butyraldehyd 310.

Kubo, M., siehe Oda, N.

Kubowitz, F. Bestimmungsmethoden für Milchsäure 319.

Kuchmy, W., siehe Malm, C. J.

Kuchtner, M., siehe Specker, H.

Kuhn, H. Gesetzmäßigkeit der Wellenlängenverschiebung des eindimensionalen Elektronengases 174.

Kumins, C. A. Zirkoniumbestimmung mit Mandelsäure 302.

Kurmies, B., siehe Alten, F.

Kuroda, P. K., und Yokoyama, Y. Bestimmung von Thoron in Mineralwässern 220.

Kvalheim, A. Beryllium als Bezugselement bei der spektralanalytischen SiO_2-Bestimmung in Flußspatkonzentraten 202.

Labhart und Staub. Mikroelektrophoresegerät 295.

Ladenbaum, I.-M., siehe Bradacs, L. K.

Lang, H. M., siehe Ruliffson, W. S.

Lappin, G. R., und Clark, L. C. Colorimetrische Bestimmung von Oxoverbindungen 1, 2.

Larson, F. C., Coulson, D. M., und Albright, E. C. Radiochemische Bestimmung kleiner Thyroxinmengen 222.

Laszlo, D., siehe Dische, Z.

Laučíková, O., siehe Matoušek, L.

Lawday, D. P., siehe Eastland, C. J.

Lawrence, B. J., siehe Norris, W. P.

Lebedeva, T. A., siehe Vendt, V. P.

Leboeuf, M. B., siehe Connally, R. E.

Lederer, M. Chromatographie an Aluminiumoxydsäulen 127. — Papierchromatographische Abtrennung trägerfreier Radioisotope 225.

Ledvina, M., siehe Kácl, K.

Lees, J. F., siehe Ashley, M. G.

Leggatt, A. G. Bestimmung der Trockensubstanz frischer Vollmilch 232.

Leibmann, W., siehe Seaman, W.

Leininger, E. E., siehe White, Ch. E.

Leipert, T. Hypobromitmethode zur Reststickstoffbestimmung 319.

Lenz, K., siehe Mannich, C.

Lesbre, M., siehe Colaitis, D.

Letzig, E. Nachweis von Äthoxose 459.

Leuchs, O. Verhalten von CaF_2 und CaC_2 bei der spektralanalytischen Untersuchung 201.

Leutwein, F. Übersicht über die photometrischen Wismutbestimmungsmethoden in Erzen 255.

Levi, L., und Farmilo, Ch. G. Quantitative Bestimmung organischer Stickstoffbasen 463.

Lévy, R. Mikrobestimmung von Phosphor in organischen Verbindungen 76.

Levy, R., und Mathieu, P. Automatischer Universalverbrennungsofen 68.

Liebhafsky, H. A. Analytische Anwendung der Röntgenstrahlenabsorption 212. — Siehe auch Simons, E. L.

Linde, H. W., Rogers, L. B., und Hume, D. N. Thermometrische Titration 65.

Linz, A. Herstellung von 12-Molybdänsäure-1-Phosphorsäure 366.

Llacer, A. J. Serienmäßige Halbmikrobestimmung von Stickstoff in Bier 227.

Löhr jr., H., siehe Soehring, K.

von Loesecke, H. W., siehe Matchett, J. R.

Logan, J. E., Mannell, W. A., und Rossiter, R. J. Bestimmung von Desoxypentosenucleinsäure und Pentosenucleinsäure in Geweben des Nervensystems 80.

Lohr, L. J., Bonstein, T. E., und Frauenfelder, L. J. Bestimmung von Chlor und Brom in organischen Verbindungen 135.

Longstaff, J. V. L., und Singer, K. Bromometrische Bestimmung von Ameisensäure und Nitrit 311.

Loofbourow, D. G., siehe Loofbourow, J. R.

Loofbourow, J. R., Oppenheim-Errera, S., Loofbourow, D. G., und Yeats, C. A. Bestrahlung von Hefe 363. — Siehe auch Thomas, E. D.

López-Santos, I., siehe Sánchez-Serrano, E.

Love, S. K., und Thatcher, L. L. Bestimmung des organischen Kohlenstoffs in wäßrigen Lösungen 36.

Loveday, S. F., siehe Haslam, J.

Lowe, E. J., siehe Raistrick, B.

Lowy, S. L., siehe Bryson, A.

Lucena-Conde, F. Qualitativer Nachweis von Quecksilber(I)-Ion 380.

Luder, W. F., siehe Garber, E. B.

Lurgg, J. W. H., und Overell, B. T. Sprühreagens zur papierchromatographischen Identifizierung organischer Säuren 47.

Ma, T. S., und McKinley jr., J. D. Mikrobestimmung von Phosphor in organischen Verbindungen 77.

Machálek, V., siehe Vašák, V.

Macheboeuf, M., Rebeyrotte, P. und Brunerie, M. Papierelektrophorese in feuchter Kammer zur Untersuchung proteinhaltiger Flüssigkeiten 294.

Machemer, H., Griess, W., und Mugele, H. Bestimmung des Schaumvermögens von Waschmitteln 158.

McMahon, C., siehe Eichholz, G. G.

Mahr, C. Colorimetrische Wismutbestimmung mit Thioharnstoff 255, 321.

Maier, R. H. Photometrische Eisenbestimmung mit Calcodur-Gelb 4GL 395.

Majumdar, A. K., und Sen, B. Colorimetrische Eisenbestimmung mit α-Picolinsäure 395.

Malaprade, L. Herstellung von Silbervanadat zur Halbmikrobestimmung von C und H in organischen Sn-Verbindungen 132.

Malissa, H., siehe Miller, F. F.

Malm, C. J., Genung, L. B., und Kuchmy, W. Analyse von Phthalsäureestern der Cellulose und des Polyvinylalkohols 154.

Malone, J. G., siehe Frampton, V. L.

Manderscheid, G., siehe Diemair, W.

Mannell, W. A., siehe Logan, J. E.

Mannich, C., und Lenz, K., Polarimetrische Stärkebestimmung 148.

Manning, D. L., siehe Harvey, A. E.

Manthey, M., siehe Gad, G.

Marcali, K., und Rieman, W. Halbmikrobestimmung von Stickstoff in Bier 227.

Margerum, D. W., Sprain, W., und Banks, Ch. V. Spektrophotometrische Al-Bestimmung in Thorium 384.

Marion, F., siehe Aubry, J.

Markees, S., und Gey, F. Papierchromatographische Bestimmung der Brenztraubensäure 47.

Marsh, M. M., siehe Brown, J. A.

Martens, R. J., und Githens, R. E. Bessere Stabilität des Dibenzyldithiocarbaminates gegenüber dem Diäthyldithiocarbaminat 419.

Martin, A. E. Extraktion des Kupfers mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat in Chloroform 415.

Martin, A. J. P. Verteilungskoeffizient bei der Chromatographie einer homologen Reihe 442. — Siehe auch Consden, R., sowie James, A. T.

Martin, A. J. P., und Synge, R. L. M. Verhältnis zwischen Konzentration, Querschnitt der Säule und Retentionsvolumen in der Chromatographie 442. — Gaschromatographische Trennung flüchtiger Fettsäuredämpfe 449.

Martin, E. C., siehe Anderson, J. R. A.

Martin, J. R., und Hayes, J. R. Kationenaustauscher zur Bestimmung von Borsäure in Düngemitteln 130.

Martínez-Bruna, J., siehe Panizo-Alonso, L.

Marzadro, M. Selektive Bestimmung verschiedener Stickstofformen 73.

Mason, M. F., und Solow, R. Methanolbestimmung neben Äthanol im Blut 79.

Master, R. W. P., siehe Airan, J. W.

Matchett, J. R., und von Loesecke, H. W. Analytische Untersuchung von Nahrungsmitteln 141.

Mathieu, P., siehe Levy, R.

Matoušek, L., und Laučíková, O. Amperometrische Bestimmung von Cystein und Sulfhydrylgruppen in Eiweißstoffen 440.

Matsui, T., siehe Matsumoto, K.

Matsumoto, K. Polarographische Bestimmung von Diacetylmorphin 438.

Matsumoto, K. und Matsui, T. Polarographische Analyse pharmazeutisch wichtiger Substanzen 437.

Matsumoto, K., und Shibayama, M. Polarographische Schwefelbestimmung in schwefelhaltigen Mineralwässern 434.

Matthias, W. Bestimmung von ätherischem Öl, Estermenthol, Menthol und Menthon 240.

Mattisson, M. F., und Legendre, K. A. Carboxylbestimmung in oxydierter Stärke 153.

Mayard, E., siehe Frankenburg, W. G.

Maynard, W. E., siehe Kogan, L.

Medwedewa, O. A., siehe Alimarin, I. P.

Meinke, W. W., und Anderson, R. E. Verwendung einer schwachen Radium-Beryllium-Neutronenquelle für die Aktivierungsanalyse von Re, Ag und In 217.

Meites, L. Fehlerquellen bei der jodometrischen Titration von Kupfer 372.

Melnikov, N. N., siehe Baskakov, Ju. A.

Mendel, B., Engel, W., und Goldschneider, I. Colorimetrische Milchsäurebestimmung 319.

de Ment, J. Vorteile von Fluorescenzindicatoren 284.

Merrill, E. J., siehe Sakal, E. H.

Merz, K. W., und Franck, R. Alkaloidbestimmung in Tinctura Ipecacuanhae nach chromatographischer Adsorption 446.

Meunier, F., und Demarez, A. Bestimmung von Aluminiumnitrid in Kohlenstoffstählen 315. — Stickstoffbestimmung in Kohlenstoffstählen 316.

de Meuron, G. Papierchromatographische Identifizierung der Lebensmittelfarben 53.

Micelovskij, E. S., siehe Šemjakin, F. M.

Miettinen, J. K. Papierelektropherogramme an menschlichem Blutserum 294.

Mighorst, J. C. A., siehe de Groot, A. P.

Mikl, O., und Pèch, J. Nebeneinanderbestimmung von Schwefel und Chlor in organischen Verbindungen 76.

Milbourn, M. Verhalten verschiedener Metalle bei der Emissionsspektrographie 205.

Milbourn, M., und Hartley, H. E. R. Kupferoxyd-Funkentechnik 207.

Miles, J. W., siehe Englis, D. T.

Miller, C. C. Eignung von wasserfreiem Calciumoxalat als Wägungsform 299.

Miller, F. F., Gedda, K., und Malissa, H. Entfernung störender Metalle bei der Bestimmung von Aluminium mit Oxychinolin 381.

Miller, J. M., und Kirchner, J. G. Papierchromatographische Identifizierung von Bestandteilen ätherischer Öle 121.

Mills, E. C., und Hermon, S. E. Zirkonbestimmung mit Mandelsäure 302.

Miner, F. J., siehe Freund, H.

de Miranda, H. Bestimmung von Kartoffelstärke in Mehl 231.

Mitchell, F. L. Papierchromatographische Bestimmung der drei Oestrogene 128.

Mitra, S. N. Charakterisierung von Weinessig durch seinen Proteid-Ammoniakwert 227.

di Modica, G., und Rossi, P. F. Chromatographische Trennung von Ölsäure, Linolsäure und Linolensäure 45.

Monnier, D., Roesgen, L., und Monnier, R. Beeinträchtigung der γ-HCH-Stufe durch Isomere des Hepta- und Oktachlorcyclohexans 190.

Monnier, R., siehe Monnier, D.

Monte Bovi, A. J., Halpern, A., Koretsky, H., und Dunne, T. Potentiometrische Mikrobestimmung der Halogene in organischen Verbindungen 134.

Montgomery, R., siehe Buch, M. L.

Moore, S., siehe Stein, W. H.

Moravek, R. T., siehe Le Rosen, A. L.

Morgan, D. M., siehe Wade, H. E.

Moritz, O. Apparat zur Bestimmung des ätherischen Öls in Drogen 239, 240.

Morren, L., siehe Kolthoff, I. M.

Morrison, R. I., siehe Freeman, G. G.

Morton, E. S., siehe Swift, H.

Mosher, R. E., siehe Zak, B.

Motl, O., siehe Jindra, A.

Moudy, L., siehe Silvermann, L.

Müller, R., siehe Cremer, E.

Müller, W., siehe Habermann, E.

Mugele, H., siehe Machemer, H.

McMullen, W. H., siehe Goon, E.

Muller, C., siehe Pellet, H.

Murata, A., siehe Oka, Y.

Murata, J. K., siehe White, Ch. E.

Musil, A., und Pietsch, R. Die Fällung des Kobalts mit Arsanilsäure 81 [Or].

Mysels, K. J., Pomeroy, H. H., und Smith, G. H. Bestimmung des Gehaltes an freier Fettsäure von Aluminiumseife 159.

Nachod, F. C., siehe Sussman, S.

Nader, J. S., siehe Goldin, A. S.

Nageswara, Rao M., und Raghava Rao, Bh. S. V. Die analytische Chemie des Thoriums. Die Verwendung von Sebacinsäure und Natriumnaphthionat zur Trennung von Uran 27 [Or]. — Nachweis und Bestimmung von Uran. Eine spektrophotometrische Studie 161 [Or].

Nakabashi, T. Chromatographische Mikroanalyse von Flavonfarbstoffen 122.

Nakabayashi, T. Papierchromatographische Untersuchung von Umbelliferon, Hernianin, Daphnetin, Aesculetin, Citropten, Fraxetin, Umbelliferonglucosid, Daphnin, Aesculin und Fraxin 446.

Nauta, W. Th., siehe Ernsting, M. J. E.

O'Neal, L. W., und Simms, E. S. Bestimmung des eiweißgebundenen Jods nach dem Cer(IV)-Arsenitverfahren 398.

McNeely, W. H., Binkley, W. W., und Wolfrom, M. L. Chromatographische Trennung von Zuckeracetaten 45.

Nehring, K., siehe Zimmermann, G.

Neu, R. Eine neue organische Borverbindung als analytisches Reagens 335 [Or].

Neuberg, C., Grauer, A., und Pisha, B. V. Fällung von Carbonylverbindungen mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin 138.

Neugebauer, G., siehe Weinig, E.

McNevin, W. M., und Crummet, W. B. Trennung der Platinmetalle mit Ionenaustauschern 342.

Newcombe, A. G., und Reid, S. G. Papierchromatographische Trennung von Ketonen und Aldehyden 444.

Nicholls, J. R. Bestimmung von Benzoylperoxyd in Mehl und Brot 149.

Nichols, M. L., siehe Streuli, C. A.

Nichols jr., P. L., siehe Brice, B. A.

Nicholson, L. W., siehe Pan, S. C.

Nielsch, W. Eine neue photometrische Palladiumbestimmung mit Dimethylglyoxim 30 [Or]. — Spektrochemischer Nachweis und Bestimmung von Pb, Sn, Zn, Ag, Cu, Mn, Fe, Mg und Si in reinem Ni 210.

Nielsch, W., und Böltz, G. Zur photometrischen Bestimmung des Kupfers mit Bromwasserstoffsäure 94 [Or]. — Zur photometrischen Bestimmung des Kupfers mit Bromwasserstoffsäure. II. 427 [Or]. — Die photometrische Bestimmung des Eisens mit Bromwasserstoffsäure 102 [Or]. — Eine neue photometrische Zinnbestimmungsmethode mit Bromwasserstoffsäure 109 [Or]. — Die photometrische Bestimmung des Wismuts mit Thioharnstoff. I. Mitteilung. Ausführung in salpetersaurer Lösung 321 [Or]. — Eine neue photometrische Bestimmungsmethode des Kobalts mit Nitrilotriessigsäure 329 [Or]. — Eine neue photometrische Bestimmungsmethode für Kupfer mit Nitrilotriessigsäure 406 [Or].

Nieman, C., Rooselaar, W. J., und de Haan, H. Destillationsaufsatz zur Bestimmung von Jod in biologischem Material 398.

Niessen, G., siehe Staudinger, H.

Nivoli, M. Säulenchromatographische Trennung von Vanillin und Cumarin 45.

Nordberg, siehe Berggren, A.

Norris, W. P., und Lawrence, B. J. Calciumbestimmung in biologischem Material 318. — Siehe auch Sato, T. R.

Nuciari, T. Bestimmung von Zn, Mg, Cu, Fe, Si, Mn, Cr und Ti in Aluminium-Zink-Magnesiumlegierungen 208.

Nutten, A. J., siehe Belcher, R.

Oberst, F. W., siehe Feinsilver, L.

Occhalini, siehe Dilworth.

Oda, N., Kaji, A., und Kubo, M. Verbesserung der Bestimmung von N nach Dumas 71.

Ohkuma, S. Farbreaktionen primärer aromatischer Amine 139.

Oka, Y., und Murata, A. Chromatographie anorganischer Ionen auf $Al(OH)_3$-getränktem Filtrierpapier 443.

Okáč, A., siehe Dubský, J. V.

Okáč, B., siehe Dubský, J. V.

Oldach, C. S., siehe Field, E.

Olson, B. H., und Johnson, M. J. Synthetisches Nährmedium zur Züchtung von Hefe 153.

Onacki, J., siehe Wamser, C. A.

Oono, K. Colorimetrische Bestimmung der Essigsäure im Harn 399.

Opfer-Schaum, R. Nachweis flüchtiger Aldehyde und Ketone nach dem Mikrobecherverfahren 160. — Siehe auch Goldbach, H.-J.

Oppenheim-Errera, S., siehe Loofbourow, J. R.

Osborn, G. H. Anwendung von Ionenaustauschharzen zur Analyse von unlöslichen Stoffen 60.

Ott, Ch. Colorimetrische Eisenbestimmung mit Chromgelb O 394.

Overell, B. T., siehe Lurgg, J. W. H.

Ozol, Ja. K., siehe Jevinš, A. F.

Paal, C., und Amberger, C. Farbänderung von Palladiumlösungen bei Behandlung des Chloridkomplexes mit Natronlauge 347.

Pachéco, H., siehe Zwingelstein, G.

Pack, F. C., Planck, R. W., und Dollear, F. G. Wasserstoff-Jodzahl 157. — Siehe auch O'Connor, R. T.

Palme, H. Zerfall von Peroxydisulfat in schwefelsaurer Lösung 37.

Pan, S. C., Nicholson, L. W., und Kolachov, P. Mängel bei der Analyse von Mono- und Oligosaccharidgemischen 152.

Panizo-Alonso, L., und Martínez-Bruna, J. Bestimmung von Glucose 313.

Papineau-Couture, G., und Burley, R. A. Ultrarotspektrometrische Prüfung von Veratrumextrakten auf Veratrumalkaloide 286.

Páralová, I., siehe Janák, J.

Pardun, H. Probenahme von Fetten 157.

Pâris, R. A., siehe Borrel, M.

Parke, T. V., und Davis, W. W. Bestimmung der Vitamine der B-Gruppe durch UV-Absorption nach chromatographischer Trennung 52.

Parravano, G. Bestimmung von Essigsäureanhydrid 311.

Pasternack, R., siehe Juckenack, A.

Patrovský, V. Nachweis von Elementen, die mit Morin fluorescierende Lösungen geben 66.

Pavlenko, M. M., siehe Fedoseev, P. N.

Paxton, R. R., siehe Amer, H. H.

Payne, siehe Dilworth.

Pearl, I. A., und Beyer, D. L. Chromatographische Trennung von Vanillinsäure und Protocatechusäure 44.

Pearl, I. A., und Dickey, E. E. Quantitative Trennung von Syringaaldehyd und Vanillin 45.

Pease jr., L. E. D., siehe Garber, E. B.

Pech, J., siehe Mikl, O.

Pellet, H., und Muller, C. Bestimmung von durch Hefe nicht vergärbaren, reduzierenden Substanzen in Melasse 150.

Pénau, H., Saïas, E., und Andreetti, C. Papierchromatographische Bestimmung von Histamin 49.

Perkow, W. Gemeinsame Bestimmung von γ-HCH und DDT mittels Dechlorhydrierung 191.

Perlman, M. L., siehe Bigeleisen, J.

Perrin, C. H. Schnellmethode zur N-Bestimmung nach Kjeldahl 73.

Petersmann, L. Bestimmung von Stärkesirup in Marmelade 147.

Petley, J. E., siehe Goon, E.

Petrova, L. N. Bestimmung primärer Alkohole durch Acetylierung 307.

Pfeil, E., und Schroth, G. Bestimmung von Formaldehyd neben Phenolen und Phenolalkoholen 309. — Formaldehydbestimmung in Harnstoff-Formaldehyd-Kondensaten 155.

Phillips, C., siehe Griffiths, J.

Phillips, C. S. G. Chromatographische Trennung von Gasen an Holzkohle 448.

Pieper, M., siehe Werner, A.

Pietsch, R. Qualitativer Kupfer-Nachweis mit Arsanilsäure 85 [Or]. — Siehe auch Musil, A.

Pifer, Ch. W., Wollish, E. G., und Schmall, M. Erfassung des Titrationsendpunktes bei Titrationen in nicht wäßrigen Lösungen 54.

Pilný, S., siehe Kubias, J.

Pinajian, J. J., Christian, J. E., und Wright, W. E. Historischer Überblick über die Isotopenverdünnungsanalyse 219.

van Pinxteren, J. A. C. Mikrobestimmung von Brom und Chlor durch Bromcyanometrie in organischen Verbindungen 305.

Pisha, B. V., siehe Neuberg, C.

Planck, R. W., siehe O'Connor, R. T., sowie Pack, F. C.

Podojnikova, K. V., siehe Černyi, A. T.

Pohl, F. A. Methoden zur spektrochemischen Spurenanalyse. IV. Zur spektrochemischen Spurenanalyse von Reinstaluminium 19 [Or]. Trennung von Spurenelementen mit Hilfe der Chlorid-Rhodanid-Ätherextraktion 25.

Pohl, H. Photometrische Wismutbestimmung in Blei und Bleilegierungen 256.

Polonovski, J., siehe Douste-Blazy, L.

Pomeroy, H. H., siehe Mysels, K. J.

Porter, W. L., siehe Buch, M. L.

Portner, C., und Högl, O. Mikrobestimmung von Tryptophan 80.

Pouradier, J., Venet, A. M., und Chateau, H. Bestimmung von Kupferspuren in Cellulose estern durch Aktivierung 216.

Přibil, R. Anwendung komplexometrischer Titrationen 455. — Komplexometrische Titrationen mit Murexid als Indicator 456. — Siehe auch Svátek, E.

Přibil, R., und Blažek, A. Polarographische Bestimmung von Uran 434.

Přibil, R., Doležal, J., und Simon, V. Potentiometrische und amperometrische Bestimmung von Silber 376.

Přibil, R., Roubal, Z., und Svátek, E. Untersuchungen auf dem Gebiet der Komplexbildner 433.

Přibil, R., und Vorlíček, J. Abtrennung und Maskierung störender Elemente bei der Uranbestimmung 390.

Prior, F., siehe Cremer, E.

Pristera, F. Ultrarotspektroskopische Analyse ätherlöslicher Treibsätze 287.

Pritzker, J., und Jungkunz, R. Bestimmung von Wasser in Lebensmitteln und Drogen 143.

Procházka, Ž. Chromatographische Bestimmung der Zusammensetzung von Ascorbigen 364. — Siehe auch Sýkora, V.

Prodinger, W. Organische Fällungsmittel in der quantitativen Analyse 361 [L].

Prosser, H. C., siehe Bigeleisen, J.

Protiva, K. Polarographische Bestimmung von Ni und Co in Sinterhartmetallen 434.

Putnam, B. S., siehe Robinson, R. J.

Raaen, V. F., und Ropp, G. A. Genauigkeit radiometrischer ^{14}C-Bestimmungen in substituierten Benzoesäuren 224.

Rabinov, G., siehe Heymann, E.

Radhakrishna, R. Trennung von radioaktivem Scandium, Lanthan und Yttrium 226.

Raff, P., siehe Wittig, G.

Raghava Rao, Bh. S. V., siehe Nageswara Rao, M., sowie Venkataramaniah, M.

Raistrick, B., Harris, F. J., und Lowe, E. J. Quantitative Bestimmung verschiedener Phosphate nebeneinander 159.

Ramírez-Muñoz, J., siehe Burriel-Martí, F.

Ramos-Cordova, M. Bestimmung der Trockenmasse und fettfreien Trockenmasse in Milch 233.

Ramsey jr., J. C., siehe Butler, A. Q.

Rangarajan, M. A., Venkatachallam, C. N., und Srikantan, B. S. Chromatographische Bestimmung kleiner Phosphatmengen 42.

Rao, C. L., und Shankar, J. Papierchromatographische Abtrennung von Be von Al und Fe 361.

Rao, N. A. N., siehe Giri, K. V.

Rautanen, N., siehe Virtanen, A. L.

Rây, B., siehe Chakraburtty, A. K.

Rebeyrotte, P., siehe Macheboeuf, M.

Redfield, R. R. Papierchromatographische Analyse von Eiweißhydrolysaten 446.

de Reeder, P. L. Papierchromatographische Analyse von Sulfonamidgemischen 121.

Reid, S. G., siehe Newcombe, A. G.

Rekker, R. F., siehe Ernsting, M. J. E.

Resch, A., siehe Kainz, G.

Ribas, I., und Vázquez-Gesto, D. Veraschung organischer Verbindungen beim Kjeldahl-Verfahren 72.

Richardson, M. R., und Bryson, A. Kritische Prüfung der Zinkbestimmung mit Ferrocyanid 379.

Richter, J. Beitrag zur photometrischen Bestimmung von Acetanilid, Lactophenin, Phenacetin, Rodilone, Tibatin und Tebethion in Arzneimitteln 277 [Or].

Rieman, W., siehe Marcali, K.

Rieman III, W., siehe Allen, E.

Riemenschneider, R. W., siehe Brice, B. A.

Rittenberg, D., siehe Graff, J.

Robert, A., siehe Traynard, Ph.

Robinson, J. W., siehe Belcher, R.

Robinson, R. J., und Kemmerer, G. Erkennung der Formen der Kieselsäure 301.

Robinson, R. J., und Putnam, B. S. Colorimetrische Bestimmung der Kieselsäure 301. — Siehe auch Chow, D. T.-W.

Robson, A., siehe Blackburn, S.

Rodriguez, P. M., siehe Talbot, N. B.

Roesgen, L., siehe Monnier, D.

Rogers, L. B., siehe Linde, H. W.

Rohner, R. Probenherstellung bei serienmäßiger Spektralanalyse von Aluminium und seinen Legierungen 208.

Romano, C., siehe Griffon, H.

Rooselaar, W. J., siehe Nieman, C.

Ropp, G. A., siehe Raaen, V. F.

Le Rosen, A. L., Moravek, R. T., und Carlton, J. K. Streichreagenzien für die Säulenchromatographie 43.

Rosenkrantz, H., und Zablow, L. Ultrarotabsorptionsspektra von Steroiden 287.

Rosenmund, K. W., siehe Kaufmann, H. P.

Rosenthaler, L. Nachweis von höheren Alkoholen, von Linolsäure, Ascorbinsäure und Phenolen 308. — Deutung der Reaktion von Komarovsky 309. — Farbreaktion auf Aceton neben Formaldehyd und Acetaldehyd 310. — Anfärbung von Eugenol mit Piperazin auf Chromatogrammen 444.

Rossi, P. F., siehe di Modica, G.

Rossiter, R. J., siehe Logan, J. E.

Rost, F., und Kauczor, H.-W. Zur spektralanalytischen Bestimmung von SiO_2 in quarzhaltigen Flußspatkonzentraten 199 [Or].

Roth, H. Bestimmung der HCH-Isomeren aus den Verseifungsgeschwindigkeiten 190.

Roubal, Z., siehe Přibil, R., sowie Svátek, E.

Rouir, E. V., und Vanbokestal, A. M. Spektrographische Analyse von Hochofenschlacke 211.

Rouse, A. H., siehe Dietz, J. H.

Rudnev, N. A. Mitfällung von Zink-, Kobalt- und Eisensulfid durch Metallsulfide 300.

Rückert, A., siehe Wittig, G.

Rüdorff, W., und Zannier, H. Kaliumbestimmung als Tetraphenylborat 233.

Ruliffson, W. S., Lang, H. M., und Hummel, J. P. Reaktion von Ketosteroiden mit aktiviertem Girard-Reagens 224.

Rusek, M., siehe Janák, J.

Rutter, L. Rundfiltermethode in der Papierchromatographie 122.

Ružička, E. Nachweis von Zinn(II)-Ionen mit Oxydationsprodukten von o-Aminophenol 385.

Sachs, G. Mikronachweis von Hg in organischen Substanzen 136.

Sahasrabudhey, R. H., und Singh, R. Volumetrische Bestimmung von Mono-, Di-, Tri- und Tetramethylthiocarbamiden 140.

Saïas, E., siehe Pénau, H.

Saíz-del Rio, J. F., siehe Burriel-Martí, F.

Sajó, I. Maßanalytische Schnellbestimmung von Aluminium 382.

Sakal, E. H., und Merrill, E. J. Papierchromatographische Trennung von Corticosteroiden 127.

Saletore, S. A., siehe Achaya, K. T.

Salzer, F., siehe Werner, A.

Salzman, A. H., siehe Talbot, N. B.

Šamraj, E. F., Gavrilova, E. A., und Kravčenko, V. V. Ascorbinsäurebestimmung in Pflanzensäften 51.

Samuelson, O., siehe Hartler, N.

Sánchez-Serrano, E., und López-Santos, I. Mikrobestimmung von Kalium in biologischem Material 317.

Sandell, E. B. Aluminiumbestimmung 168. — Stabilität der Diäthyldithiocarbaminate in wäßriger Lösung 415.

Sandstrom, W. M., siehe Chang, W. H.

Sanftner, R. W., siehe Kruse, F. H.

Sato, T. R., Kisieleski, W. E., Norris, W. P., und Strain, H. H. Papierelektrophoretische Trennung radioaktiver Ionen 293.

Saunders, L. Anwendung von Ionenaustauschharzen in der organischen Analyse 61.

Sawicki, E. Tüpfelnachweis von Sulfonylchloriden 139.

Sawyer, C. N. Bestimmung von Ammoniak-Stickstoff in Wasser und Abwasser 150.

Scandrett, F. J. Mikrodiffusionsgerät zur Äthanolbestimmung 79.

Schäfer, P., siehe Gorbach, G.

Schaeffer, H. F. Nachweis von Cu, Co und Ni mit Isochinolinammoniumrhodanid 375.

Schär, J., siehe Streuli, H.

Schechter, M. S., Soloway S. B., Hayes, R. A. und Haller, H. L. Colorimetrische Bestimmung von HCH neben DDT 191.

Scheibe, E., und Frey, H. Nachweis von Alkohol in der Ausatmungsluft 79.

Schenck, G., und Härtel, J. Differenzierte Anfärbung aromatischer Endiole auf Chromatogrammen 444.

Scheraga, H. A., siehe Streuli, C. A.

Schirm, M. Bestimmung von ätherischem Öl in Drogen 240.

Schleith, L., siehe Grubhofer, N.

Schlögl, K., und Siegel, A. Auffächerung von papierchromatographisch getrennten Substanzflecken 120. — Identifizierung von Chlorphenolen und Chlorphenoxyessigsäuren 445. — Siehe auch Siegel, A.

Schlütz, G. O. Anwendung eines Hochfrequenz - Entladungsbrenners bei flammenphotometrischen Messungen 280. — Flammenphotometrische Bestimmung von Ca nach Fällung als Oxalat 282.

Schmall, M., siehe Pifer, Ch. W.

Schmechel, S., siehe Berg, P.

Schmidt, C. W., siehe Kaufmann, H. P.

Schmidt, H., Staudinger, Hj., und Bauer, V. Papierchromatographische Corticosteroidbestimmung 127.

Schmidt, H., siehe Dewald, W.

Schmidt, H. W. Elektrophoretische Eiweißbestimmung im Serum und Harn 295.

Schneider, E. Bestimmung von Eisen(II)-salzen und einigen Metallverreibungen in Arzneimitteln 461.

Schneider, G., und Wunderly, Ch. Papierelektrophorese in feuchter Kammer unter Kühlung 294. — Siehe auch Wunderly, Ch.

Schober, R., und Fricker, A. Bestimmung von Kalium in Milch 233.

Schöffmann, E. Darstellung von Ammoniumpyrrolidindithiocarbaminat 26.

Schön, A. E. Verwendung von Cadmium als Reduktor bei der Fe- und Ti-Bestimmung in Silicaten 89.

Schoen, G. Papierchromatographische Analyse der Vitamine 446.

Schottman, A. J. H. Alkaloidbestimmung in Tinctura Ipecacuanhae nach chromatographischer Adsorption 446.

Schreglmann, A., siehe Habermann, E.

Schröder, K. Verlauf der Oxydation von Rhodanid mit Kaliumpermanganat 275.

Schroer, F. W., und Bentley, C. F. Sauerstoff-Acetylenbrenner in der Flammenphotometrie 281.

Schroth, G., siehe Pfeil, E.

Schütz, E. Bestimmung von Borsäure in Düngemitteln durch Ionenaustausch 130.

Schuhknecht, W. Anwendung des 35 mm-Films in der Spektralanalyse 207. — Siehe auch Wurzschmitt, B.

Schulek, E., und Kőrös, E. Alkalimetrische Bestimmung von Na neben K 367.

Schulek, E., und Szlatinay, L. Alkalimetrische Bestimmung von Na und K nebeneinander 367.

Schulitz, P. H. Volumetrische Mikrobestimmung von Thallium 384.

Schute, J. B. Probleme bei der Papierchromatographie von Alkaloiden 122.

Schwab, R., siehe Gleu, K.

Schwartz, A. Bestimmung von Histamin in Plasma und Blutserum durch Ionenaustausch 62.

Schwerd, W., und Garhammer, C. L. Nachweis von niederen aliphatischen Alkoholen in der toxikologischen Praxis 160.

Scott, M. K., siehe Eddy, C. R.

Scott, W. W. Jodometrische Kupferbestimmung 372.

Seaman, W., Woods, J. T., und Leibmann, W. Bestimmung von Pyrazin 313.

Sedlet, J., siehe Ames, D. P.

Segal, E., siehe Siggia, S.

Seith, W. Bestimmung von Spuren

Seith, W. Spektralanalytische Bestimmung von Spuren von Cd, Ni, Pb und Sn nach Abscheidung an einer unedleren Elektrode 20.

Sekerka, J., und Vorlíček, J. Maßanalytische Bestimmung von Uran 390. — Siehe auch Simon, V.

Sell, H. M., siehe Hinsvark, O. N.

Sellwood, E. H. B., siehe Eastland, C. J.

Semeluk, G. P., siehe Bernstein, R. B.

Semerano, G., und Capitanio, V. Polarographische Spurenbestimmung von Cu, Pb, Zn, Ni, Fe und Cd in Reinstaluminium 20.

Šemjakin, F. M., Charlamov, I. P., und Micelovskij, E. S. Molybdänbestimmung in Eisen-Chrom-Molybdänlegierungen durch Ionenaustausch 59.

Sen, B., siehe Majumdar, A. K.

Sen, D., siehe Chakraburtty, A. K.

Serrano-Berges, L. p_H-Werte der Fällung von Methyloxinaten 66.

Sersale, R., und Gregorio, E. Schnellbestimmung Calciumhydroxyd, Magnesiumhydroxyd und Calciumcarbonat in gelöschtem Kalk 378.

Setter, L. R., siehe Goldin, A. S.

Shah, G. D., siehe Subba Rao, D.

Shankar, J., siehe Rao, C. L.

Sheers, E. H., und Cole, M. S. Abänderung der Apparatur nach Parnas-Wagner-Pregl 133.

Sherrington, L. G., siehe Gentry, C. H. R.

Shibayama, M., siehe Matsumoto, K.

Shimizu, Sh., siehe Hashimoto, Y.

Siegel, A., und Schlögl, K. Papierchromatographische Trennung von Chlorphenolen und Chlorphenoxyessigsäure 445. — Siehe auch Schlögl, K.

Siggia, S., und Segal, E. Maßanalytische Bestimmung von Aldehyden 138.

van der Sijde, H. R., siehe Vasbinder, H.

Silva, R. B., siehe McDonnell, L. R.

Silvermann, L., Moudy, L., und Hawley, D. W. Colorimetrische Uranbestimmung mit 8-Oxychinolin 391.

Šimavě, J. Polarographische Bestimmung des in Oxyhämoglobin gewonnenen Sauerstoffes 438.

Simms, E. S., siehe O'Neal, L. W.

Simon, V., Sekerka, J., und Doležal, J. Bestimmung von Ammoniak mit Hypobromit im Entstehungszustand 390.

Simon, V., siehe Beran, P., sowie Přibil, R., und Tomíček, O.

Simon-Fiala, F., siehe Szabó, Z. G.

Simons, E. L., Balis, E. W., und Liebhafsky, H. A. Analyse des Borwasserstoffes Dekaboran 300.

Sims, E. A. H., und Kaplow, L. Flammenphotometrische K- und Na-Bestimmungen 281.

Singer, K., siehe Longstaff, J. V. L.

Singh, A., siehe Singh, B.

Singh, B., Singh, A., und Singh, R. Kaliumperjodat als volumetrisches Reagens 67.

Singh, R., siehe Sahasrabudhey, R. H., sowie Singh, B.

Sirotenko, A. Mikrobestimmung von C in alkalihaltigen organischen Verbindungen 70.

Sisco, R. C., Cunningham, B. B., und Kirk, P. L. Capillarbürette 373.

Sissing, H. A. Überlaufmikropipette für kleine Flüssigkeitsmenge 297.

Skahibara, J., und Yosimaga, T. Abtrennung des Lecithins bei der Cholinbestimmung 7.

Skerman, V. B. D. Polarographische Bestimmung von Thioglykolsäure, Cystein und Glutathion in Anaerobenkulturen nach Brewer 438.

Skoog, D. A., und Budde, M. Quantitative Bestimmung von Methanol 140.

Skrube, H., siehe Spitzy, H.

van der Sluis, C. J. Quecksilbernachweis zur Unterscheidung von Gärungsessig und Syntheseessig 145.

Smirnov, V. A., und Smirnova, A. I. Stärkebestimmung im Getreidekorn 148.

Smirnova, A. I., siehe Smirnov, V. A.

Smith, G. F. Nasse Veraschung organischer Substanzen 131.

Smith, G. F., und Wilkins, D. H. 2,9-Dimethyl-4,7-diphenyl-1,10-phenanthrolin, Reagens zur colorimetrischen Bestimmung von Cu neben Fe 374.

Smith, G. H., siehe Mysels, K. J.

Smith, I., siehe Buchholz, Y.

Smith, L. L., siehe Frampton, V. L.

Smith, T. O., und James, C. Verwendung von Sebacinsäure zur Trennung von Thorium und Uran 27.

Smoleř, I. Neue Form der Quecksilbertropfelektrode 433.

Soehring, K., und Löhr, jr., H. Verlauf der Cronheim-Wareschen Reaktion 270.

Solé, A. Quantitative chemische Analyse mittels Stagoskopie 412 [Or].

Solomon, R., siehe Janz, G. J.

Solow, R., siehe Mason, M. F.

Soloway, S. B., siehe Schechter, M. S.

Solymosi, F., siehe Csanyi, L. J.

Somogyi, M. Reagens zum Klären von Schokoladelösungen für die Zuckerbestimmung 228. — Siehe auch Stark, J. E.

de Sousa, A. Nachweis des dreiwertigen Eisens mit Oxin 393.

Specker, H., und Hartkamp, H. Chromatographische Analyse anorganischer wäßriger Lösungen 40. — Trennung des Aluminiums vom Eisen durch Extraktion des Eisen(III)-rhodanids 166.

Specker, H., Kuchtner, M., und Hartkamp, H. Die Abtrennung kleiner Mengen Aluminium von extremen Eisenüberschüssen und ihre photometrische Bestimmung mit 8-Oxychinolin 166 [Or].

Speier, J. L., Daubert, B. F., und Mc Gregor, R. R. Aufschluß fluorhaltiger Organosiliciumverbindungen mit Nitriersäure 115.

Spengler, G., und Wöllner, E. Bestimmung der Säure- und Verseifungszahl von Wachsen 316.

Spies, J. R., und Chambers, D. C. Tryptophanbestimmung 80.

Spitzy, H., und Skrube, H. Radiochemische Bestimmung des Jodgehaltes in Augenkammerwasser 223.

Šponar, J. Potentiometrische Bestimmung von Caprolactam 296.

Sprain, W., siehe Margerum, D. W.

Spurný, Z., siehe Dvořák, J.

Squirrel, D. C. M., siehe Haslam, J.

Srikantan, B. S., und Venkatachallum, C. N. Chromatographische Analyse anorganischer Substanzen 41. — Siehe auch Rangarajan, M. A.

Stadlinger, H. Beschreibung des Industriespektrographen S2 und des Flammenphotometermodells III (Zeiß) 205.

Stanier, W. M., siehe Consden, R.

Stahl, E. Gravimetrische Erfassung ätherischer Öle 462.

Stark, J. E., und Somogyi, M. Analyse eines Gemisches von Mono- und Oligosacchariden 152.

Stark, S. M. Colorimetrische Schnellbestimmung von Pektinstoffen in Citrussäften 144.

Staub, siehe Labhart.

Staudinger, H., und Niessen, G. Schwierigkeiten der Schwefelbestimmung in Thioharnstoffderivaten 75.

Staudinger, Hj., siehe Hofmann, H., sowie Schmidt, H.

Steacie, E. W. R., siehe Breitman, L.

Stearns, E. L. Absorptions-Spektrophotometrie im ultravioletten Bereich 289.

Stein, W. H., und Moore, S. Colorimetrische Bestimmung der Aminosäuren 48.

Stephen, W. I., siehe Belcher, R.

Stern, M. I., und Swyer, G. I. M. Chromatographische Trennung der Harnöstrogene 46.

Stesel, M., siehe Streuli, H.

Stich, W., siehe Kehl, R.

Stodolová, A., siehe Tomíček, O.

Stoehr, Pyrazinbestimmung 313.

Stokstad, E. L. R., siehe Hutchings, B.

Strain, H. H., siehe Sato, T. R.

Strange, E. E. Flammenspektrometrische Bestimmung von Li in Mg-Li-Al-Legierungen 281.

Strasheim, A., und Hugo, T. J. Spektrographische Analyse von Letternmetall 209.

Strasser, F., siehe Hörhammer, L.

Strecker, W., und Diaz, F. O. Fällung des Caesiums 369.

Streuli, C. A., Scheraga, H. A., und Nichols, M. L. Röntgenographische Untersuchung der Mitfällung von Verunreinigungen durch Bariumsulfat 299.

Streuli, H., und Schär, J. Schalengehalt in gebrochenem Kakaokern 238.

Streuli, H., und Stesel, M. Klären von Schokoladelösungen zur Zuckerbestimmung 228.

Stricks, W., siehe Kolthoff, I. M.

Strohecker, R., siehe Böhme, H.

Stumpff, R. Nachprüfung der Leipertschen Hypobromitmethode zur Reststickstoffbestimmung 319.

Subba Rao, D., und Shah, G. D. Mikrobestimmung von Cl und Br in stickstoff- und schwefelhaltigen Substanzen 135.

Sundaram, A. K., und Banerjee, S. Extraktion von Beryllium mit organischen Lösungsmitteln 377.

Sussman, S., Nachod, F. C., und Wood, W. Trennung der Platinmetalle mit Ionenaustauschern 341.

Suttle, J. F., siehe Kruse, F. H.

Svátek, E., Roubal, Z., und Přibil, R. Polarographisches Verhalten einiger Metallkomplexe mit Tiron 433. — Siehe auch Přibil, R.

Svendsen, A. B., und Jensen, K. B. Sichtbarmachung der Flecke bei der papierchromatographischen Trennung der Digitalisglucoside 124.

Swahn, B. Mikrobestimmung der Gesamtlipoide im Serum 400.

Swain, M. S., siehe Brice, B. A.

Swan, G. A., siehe Clemo, G. R.

Swift, E. H. Jodmonochlorid als Endpunktsindicator bei der Oxydation von Rhodanid mit Kaliumpermanganat 275.

Swift, H., und Morton, E. S. Mikrobestimmung von N in organischen Verbindungen 132.

Swislocki, M., siehe Alfin-Slater, R. B.

Swyer, G. I. M., siehe Stern, M. I.

Sykes, A., siehe Belcher, R.

Sýkora, V., und Procházka, Ž. Papierchromatographische Identifizierung und Trennung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone von Carbonylverbindungen 362.

Synge, R. L. M., siehe Martin, A. J. P.

Szabó, Z. G., Bartha, L. G., und Simon-Fiala, F. Indirekte Bestimmung von Nitrat 388.

Szlatinay, L., siehe Schulek, E.

Talbot, N. B., Butler, A. M., Salzman, A. H., und Rodriguez, P. M. Jodbestimmung durch katalysierte Reduktion von Ce^{IV} durch AsO_3^{3-} 396.

Tamamushi, R., und Tanaka, N. Auswertung der polarographischen Stufen bei der Bestimmung von HCH neben DDT 192.

Tanaka, M. Volumetrische Bestimmung von Mn und Cr 393.

Tanaka, N., siehe Tamamushi, R.

Tantranon, K., und Cunningham, B. B. Titration des Kupfer(I)-rhodanids mit Jodat 373.

Tauber, H. Spezifische Farbreaktion auf Zucker 146.

Tauböck, K. Flavanolverbindungen mit Borsäure als analytische Reagenzien 335.

Taurog, A., und Chaikoff, J. L. Jodbestimmung durch katalytische Reduktion von Ce^{IV} durch AsO_3^{3-} 396, 397.

Telep, G., und Boltz, D. F. Ultraviolettspektrophotometrische Cerbestimmung 385.

Terrier, J. Wasserbestimmung in zuckerhaltigen Erzeugnissen 146.

Thaler, H., und Kiermeier, F. Bestimmung des Säuregrades von Mehl und Brot 148.

Thatcher, L. L., siehe Love, S. K.

Thayer, S. A., siehe Hoffmann, M. N.

Thiel, A., und Thiel, W. Photometrische Wismutbestimmung 255.

Thiel, W., siehe Thiel, A.

Thomas, E. D., Hershey, F. B., Abbate, A. M., und Loofbourow, J. R. Chromatographische Bestimmung von Nucleotiden in Suspensionsflüssigkeit bestrahlter Hefe 363.

Throckmorton, W. H., und Hutton, G. H. C-H-Bestimmung in fluorhaltigen organischen Substanzen 70.

Tiews, J., siehe Brüggemann, I.

Tillu, M. M. Alkalimetrische Bestimmung von Magnesium 299.

Tiselius, A., siehe Cremer, D.

Toennies, G., siehe Kolb, J. J.

Török, T. Spektrochemische Bestimmung von Zinkspuren in Aluminium 209.

Tomíček, O., Číhalík, J., Doležal, J., Simon, V., und Zýka, J. Polarographisches Verhalten von Pd, Au und Ag 436. — Amperometrische Bestimmung von Pd mit verschiedenen organischen Reagenzien 440.

Tomíček, O., Stodolová, A., und Herman, M. Reduktometrische Bestimmungen in wasserfreier Essigsäure 56.

Tomíček, O., und Vidner, P. Neutralisationstitrationen in wasserfreier Ameisensäure 56.

Tomíček, O., und Zukriegelova, M. Bestimmung von Chlorid, Bromid und Jodid in nichtwäßriger Lösung 55.

Toschi, G., siehe Cavallini, D.

Trappe, W. Reaktion von organischen Substanzen mit $ZnCl_2 + CH_3COCl$ 188.

Traynard, Ph., und Robert, A. Titration kleiner Mengen Salpetersäure in Eisessig 58.

Trevelyan, W. E., Forrest, R. S., und Harrison, J. S. Trennungsgang zur Isolierung der verschiedenen Hefekohlenhydrate 231.

Trevelyan, W. E., und Harrison, J. S. Fraktionierung der Kohlenhydrate der Hefe 229.

Tso, T. C., und Jeffrey, R. N. Papierchromatographische Identifizierung von Tabakalkaloiden 122. — Siehe auch Frankenburg, W. G.

Tsuboi, K. K. Bestimmung von Desoxypentosenucleinsäure und Pentosenucleinsäure in Geweben des Nervensystems 80.

Turba, F., und Enenkel, H. J. Anfärbung von Elektropherogrammen 292.

Turjanskyj, J., siehe Gorbach, G.

Turnock, D. Papierchromatographische Bestimmung von Ketosäuren im Blut 444.

Tuzson, J., siehe Vastagh, G.

Ulrich, F. Zerfall von Peroxydisulfat in schwefelsaurer Lösung 37.

Ulusoy, E., siehe Breusch, F. L.

Underwood, A. L. Titration von Fe und Cu nebeneinander mit Komplexon III-Lösung 458.

Unterzaucher, J. Mikrobestimmung von Sauerstoff in organischen Substanzen 305. — Mikrobestimmung von N in organischen Verbindungen 132.

Utley, D. W., siehe Watts, H. L.

Valdiguié, P., siehe Douste-Blazy, L.

Vanbokestal, A. M., siehe Rouir, E. V.

Vance, J. E., siehe Foote, H. W.

Varkey, E. T., siehe Deshmukh, G. S.

Vas, K. Papierchromatographische Trennung von nichtflüchtigen organischen Säuren 46. — Abhängigkeit der R_f-Werte verschiedener organischer Säuren von ihrer Dissoziation 47.

Vašák, V., und Machálek, V. Cadmiumbestimmung und indirekte Sulfidbestimmung 388.

Vasbinder, H., und van der Sijde, H. R. Titrimetrische Bestimmung von Trimethadion, Phenobarbital und Phenylmethylbarbital 464.

Vastagh, G., und Tuzson, J. Papierchromatographische Trennung der Digitalisglucoside 124.

Vázquez-Gesto, D., siehe Ribas, I.

Večeřa, M., siehe Jureček, M.

Večera, Z. Polarographische Bestimmung von Caprolactam in konz. Schwefelsäure 295.

Velebil, Z., siehe Čůta, F.

Vendt, V. P., und Lebedeva, T. A. Tragbarer Gasanalysator 458.

Venet, A. M., siehe Pouradier, J.

Venkatachallam, C. N., siehe Rangarajan, M. A., sowie Srikantan, B. S.

Venkataramaniah, M., und Raghava Rao, Bh. S. V. Verwendung von Natriumnaphthionat zur Trennung von Thorium von den seltenen Erden 27.

Ventura, S., und White, J. C. Extrahierbarkeit des Natriumdiäthyldithiocarbaminates 414.

Venturello, G., und Ghe, A. M. Chromatographische Trennung von Ag, Pb, Cu, Zn, Cd, Hg, Mn, Ni und Co 361.

Vidic, E. Verlauf der Cronheim-Wareschen Reaktion 270.

Vidner, P., siehe Tomíček, O.

Vietti, M., siehe Castiglioni, A.

Virtanen, A. L., und Rautanen, N. Alaninbestimmung 320.

Vischer, E., und Chargaff, E. Bestimmung der Abbauprodukte von Nucleotiden 363.

Vlaar, H. T. Katalysatoren bei der N-Bestimmung nach Kjeldahl 73.

Vlugter, J. C., Waterman, H. J., und van Westen, H. A. Beziehungen zwischen Refraktion und Molekulargewicht 138.

Voigt, J. Lampe zur Schnellbestimmung von Halogenen in organischen Substanzen 133.

Vojíř, V. Polarographische Bestimmung des in Oxyhämoglobin gewonnenen Sauerstoffes 438.

van Voorst, F. Th. Biochemische Zuckerbestimmungsmethode 229.

Vorlíček, J., siehe Přibil, R., sowie Sekerka, J.

de Vries, G., und van Dalen, E. Mikroelementaranalyse mit leerem Verbrennungsrohr 68.

Wachtel, U., siehe Blasius, E., sowie D'Ans, J.

Wade, H. E., und Morgan, D. M. Identifizierung von Phosphatestern auf Papierchromatogrammen 125.

de Wael, J. Papierelektrophoretische Technik 292.

Wagner, G. Papierchromatographische Untersuchung von Trioxybenzolen 50.

Wagner, H. G. Abschätzung des Restfettgehaltes von Textilien 156.

Waldo, A. L., und Zipf, R. E. Titration von Fluorid in Trinkwasser und biologischem Material 149.

Wall, J. S. Trennung von Purinen, Pyrimidinen, Aminosäuren und anderen N-haltigen Verbindungen durch Ionenaustauschchromatographie 64.

Wall, M. E., Eddy, C. R., Mc Clennan, M. L., und Klumpp, M. E. Ultrarotspektroskopische Bestimmung steroider Sapogenine 287. — Siehe auch Eddy, C. R.

Wallace, W. M., Holliday, M., Cushman, M., und Elkington, J. R. Flammenphotometrische Analyse von biologischem Material 280.

Walter, J. L., und Freiser, H. Volumetrische Cadmiumbestimmung mit 2-(o-Oxyphenyl)-benzoxazol) 300.

Wamser, C. A., Bernsohn, E., Keeler, R. A., und Onacki, J. Radiochemische Bestimmung von Radium in Rückständen 221.

Wannenmacher, R., siehe Kofler, L.

Ware, P. A., siehe Cronheim, G.

Waterman, H. J., und Booy, H. Bestimmung der Ringzahl in gesättigten Kohlenwasserstoffen ohne Kenntnis des Molekulargewichtes 138. — Siehe auch de Kok, W. J. C., sowie Vlugter, J. C.

Watson, A. T., siehe Hastings, S. H.

Watson, R. S. Nachweis von Äthylalkohol im Blut und Urin 78.

Watts, H. L., und Utley, D. W. Acidimetrische Analyse von Natriumaluminat 382.

Weber, E. Gemeinsame Bestimmung von HCH und DDT mittels Dehydrochlorierung 191.

Weiland, H., siehe Alten, F.

Weinig, E., und Neugebauer, G. Bestimmung von Äthanol und Methanol nebeneinander in organischem Material 79.

Weiss, F., siehe Griebel, C.

Wender, S. H., siehe Casteel, H. W., sowie Gage, T. B.

Werner, A., Salzer, F., und Pieper, M. Herstellung von Octaamino-μ-amino-μ-nitrodikobalt(III)-nitrat 389.

Westall, R. G., siehe Bate-Smith, E. C.

van Westen, H. A., siehe Vlugter, J. C.

Weyand, F., und Csendes, E. Anfärbung von Papierchromatogrammen 444.

White, Ch. E., Fletcher, M. H., Friedemann, T. E., Kavanagh, F., Leininger, E. F., und Murata, J. K. Anwendungen der Fluorimetrie 283.

White, J. C., siehe Ventura, S.

Wiberley, S. E., und Bassett, L. G. Photometrische Aluminiumbestimmung in Alkalihydroxyden 383.

Wiberley, S. E., siehe Goon, E.

Wickbold, R. Verbesserung der Lampe zur Schnellbestimmung von Halogen in organischen Substanzen 133.

Wiele, M. B., siehe van Etten, C. H.

Wijs, J., Jodzahlbestimmung 317.

Wilkins, D. H., siehe Smith, G. F.

Wilkinson, N. T. Bestimmung von Antimon in aromatischen organischen Verbindungen 77.

Will III, F., siehe Yoe, J. H.

Williams, H. E. Oxydation von Rhodanid durch Kaliumpermanganat 275.

Williams, R. J., und Kirby, H. M. Chromatographische Trennung von Metall-Ionen 361.

Williams, R. J. P. Chromatographische Analyse durch Elution mit veränderten Eluiermitteln 42.

Wilson, K. Bestimmung des Carboxylgehaltes oxydierter Stärke 153.

van Winkle, M., siehe Amer, H. H.

Winkler, O., siehe Böhme, H.

Winterton, R. J. Nachweis von Kalium 366.

Wittig, G., Keicher, K., Rückert, A., und Raff, P. Natriumtetraphenyloborat als analytisches Reagens 337.

Wittwer, S. H., siehe Hinsvark, O. N.

Wöhler, L., und König, J. Farbänderung von Palladiumlösungen bei Behandlung mit Natronlauge 347.

Wöllner, E., siehe Spengler, G.

Wohlmann, E. Beiträge zur Silicatanalyse. Eisen- und Titanbestimmung durch Titration 88 [Or].

Woldring, M. G. Aufbau und Arbeitsweise eines einfachen Lange-Flammenphotometers 280.

Wolf, S. Polarographische Bestimmung von γ-Hexachlorcyclohexan (HCH) in Gegenwart von Dichlordiphenyltrichloräthan (DDT) 189 [Or].

Wolfrom, M. L., siehe Mc Neely, W. H.

Wollish, E. G., siehe Pifer, Ch. W.

Wood, L. G., siehe Buchwald, H.

Wood, W., siehe Sussman, S.

Woodland, W. C., siehe Kao, Sh. Sh.

Woods, J. T., siehe Seaman, W.

Wright, W. E., siehe Pinajian, J. J.

Wüstner, H. Sauerstoffnachweis in organischen Verbindungen 305.

Wunderly, Ch. Papierelektrophoretische Untersuchung proteinhaltiger Flüssigkeiten 294.

Wunderly, Ch., Schneider, G., und Hugentobler, F. Papierelektrophorese in feuchter Kammer 294. — Siehe auch Schneider, G.

Wurzschmitt, B. Verbrennungsbombe zur S-Bestimmung in organischen Substanzen 74.

Wurzschmitt, B., und Schuhknecht, W. Bestimmung von Orthophosphat in kondensierten Phosphaten 159.

Yeats, C. A., siehe Loofbourow, J. R.

Yoe, J. H., Will III, F., und Black, R. A. Colorimetrische Bestimmung von Uranspuren mit Dibenzoylmethan 392.

Yokoyama, Y., siehe Kuroda, P. K.

Yoshino, Y. Bestimmung von Sulfat durch Ionenaustausch 60.

Yosimaga, T., siehe Skahibara, J.

Yuster, P. H., siehe Delbecq, C. J.

Zablow, L., siehe Rosenkrantz, H.

Zacherl, M. K., und Krainick, H. G. Mikrobestimmung von Chlor und Brom in organischen Substanzen 135.

Zaffaroni, Z., Burton, R. B., und Keutmann, E. H. Sichtbarmachung von Hydrazonflecken durch Jodoplatinatreagens auf Papierchromatogrammen 224.

Zak, B., Mosher, R. E., und Boyle, A. J. Entwicklung der Flammenspektrographie und Flammenphotometrie 279.

Zannier, H., siehe Rüdorff, W.

von Zeppelin, H., und Fuchs, J. Fluorbestimmung ohne Siliciumabtrennung in siliciumorganischen Verbindungen 117.

Žežula, I. Polarographisches Verhalten der Polythionate 434.

Zimmermann, G. R_f-Werte von 2-Phenyl-chinolin-4-carbonsäure und Salicylsäure 17.

Zimmermann, G., und Nehring, K. Ringchromatographie 16.

Zincke, Th. Aufspaltung von Pyridin mit Dinitrochlorbenzol 13.

Zinneke, F. Stickstoff-Bestimmung nach Kjeldahl 73.

Zipf, R. E., siehe Waldo, A. L.

Zook, W. C., siehe Elving, Ph. J.

Zuckerman, R., siehe Deutsch, A.

Zukriegelova, M., siehe Tomíček, O.

Zuman, P., und Březina, M. Polarographische Bestimmung von Aceton 295.

Zwingelstein, G., Pachéco, H., und Jouanneteau, J. Papierchromatographische Trennung von Ketosteroidgemischen 127.

Zýka, J., siehe Beran, P., sowie Tomíček, O.

Sachverzeichnis.

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen.)

Abwasser, siehe Wasser.

Acenaphthen, ultrarotspektrographische Identifizierung 285.

Acetaldehyd, colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen 1; R_f-Wert des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 362.

Acetanilid, photometrische Bestimmung 277.

Acetessigsäure, Bestimmung mit Hilfe von Salicylaldehyd 312.

Aceton, Nachweis durch Farbreaktion neben Formaldehyd und Acetaldehyd 310; polarographische Bestimmung 295; R_f-Wert des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 362; Untersuchung von ternären Gemischen mit Methanol und Äthanol 308.

Acetylen, chromatographische Abtrennung aus einem Gasgemisch 453, 455.

Acetylsalicylsäure, Titration mit Hilfe von Luminescenz-Indicatoren 284.

N^4-Acetylsulfanilamid, Trennung von Sulfanilamid durch Ionenaustauschchromatographie 64.

Acidität, Bestimmung in Milch 233.

Acridin, Verhalten bei der N-Bestimmung nach Kjeldahl 73.

Adenin, Bestimmung durch Ionenaustauschchromatographie 64.

Adenylsäure, chromatographische Reindarstellung 364.

Äpfelsäure, fluorimetrische Bestimmung 283; papierchromatographische Trennung von Milchsäure, Citronensäure und Weinsäure 46.

Aesculetin, papierchromatographische Bestimmung 446.

Aesculin, papierchromatographische Bestimmung 446.

Äthan, chromatographische Abtrennung aus einem Gasgemisch 453, 455.

Äthanol, Bestimmung in Diäthyläther durch Ultrarotabsorption 286; Bestimmung neben Methanol in organischem Material 79, in Blut 79; Mikrodiffusionsgerät zur Bestimmung 79; Untersuchung von ternären Gemischen mit Methanol und Aceton 308; siehe auch Äthylalkohol.

Äther, gaschromatographische Trennung von Wasser, Chloroform, Äthylacetat, Thiophen, Dioxan, Pyridin, Butylacetat und Chlorbenzol 448.

Ätherische Öle, Bestimmung in Drogen 239, 240; gravimetrische Erfassung kleinster Mengen 462; Halbmikrobestimmung 240; Identifizierung der Bestandteile 121; Schwefelbestimmung 74.

Ätherlösliche Treibsätze, ultrarotspektroskopische Untersuchung 287.

Äthoxose, Nachweis 459.

Äthylacetat, gaschromatographische Trennung von Wasser, Äther, Chloroform, Thiophen, Dioxan, Pyridin, Butylacetat und Chlorbenzol 448.

Äthylalkohol, Nachweis 308; Nachweis in der Ausatmungsluft 79; Nachweis in Blut und Urin 78; Nachweis von Methylalkohol neben Äthylalkohol 160; siehe auch Äthanol.

Äthylamin, Retentionsvolumen 452.

Äthylen, chromatographische Abtrennung aus einem Gasgemisch 453, 455.

Äthylenchlorid, gaschromatographische Trennung von Isopropylchlorid, n-Butylchlorid, Chloroform 449.

Äthylendiamin, percuprimetrische Titration 67; Retentionsvolumen 452.

Äthylendiamintetraacetat, siehe Komplexon III.

Äthylenglykol, percuprimetrische Titration 67.

Äthylentetrachlorid, Bestimmung mit Hilfe von Ultrarotspektroskopie und Massenspektrometrie 288.

Äthylpikrat, Erkennung durch Röntgenbeugung 215.

Agar-Agar, Identifizierung 142.

Akazien-Gummi, Identifizierung 142.

Alanin, Bestimmung durch Ionenaustauschchromatographie 64; Bestimmung nach Virtanen und Rautanen in Eiweißhydrolysaten 320; N-Bestimmung 72.

Aldehyde, maßanalytische Bestimmung 138; Bestimmung α-β-ungesättigter Aldehyde in Gegenwart gesättigter Aldehyde 310; Nachweis flüchtiger

Aldehyde nach dem Mikrobecherverfahren 160; papierchromatographische Trennung von Ketonen 444.

Alginate, Indentifizierung 142.

Aliphatische Alkohole, siehe Alkohole.

Aliphatische Amine, chromatographischer Nachweis mit Streichreagenzien 43, 44.

Alkali, Bestimmung in Bleiessig mit Komplexon III 229.

Alkalihydroxyde, photometrische Bestimmung von Al 383.

Alkalimetalle, qualitative Trennung 250.

Alkalilösliche Kohlenhydrate, siehe Kohlenhydrate.

Alkaloide, Bestimmung durch Ionenaustausch 62, 63; chromatographische Bestimmung in Tinctura Ipecacuanhae 446; Bestimmung in Tabletten 63. Probleme der papierchromatographischen Bestimmung 122.

Alkohole, Nachweis aliphatischer Alkohole in der toxikologischen Praxis 160; Bestimmung primärer Alkohole durch Acetylierung 307; Nachweis primärer und sekundärer Alkohole mit Überjodsäure 307.

Alkylhalogenide, Identifizierung 139.

Alkylsulfide, chromatographischer Nachweis mit Streichreagenzien 43.

N-Alkyl-Gruppen, Identifizierung 139.

O-Alkyl-Gruppen, Identifizierung 139.

Aluminium, fluorimetrischer Nachweis mit Salicylaldehyd oder Oxynaphthylaldehyd 380; Nachweis mit Morin 66; komplexometrische Bestimmung 457; maßanalytische Schnellbestimmung in Gegenwart von Komplexon-III-Lösung 382; fluorimetrische Bestimmung mit 8-Oxychinolin 383; photometrische Bestimmung mit 8-Oxychinolin neben großen Eisenüberschüssen 166; Einfluß der Kieselsäure auf die Al-Bestimmung als Oxinat 381; Entfernung der störenden Elemente vor der Bestimmung mit o-Oxychinolin 381; Löslichkeitsprodukte des Oxinats und Methyloxinats 66; Probeherstellung zur spektralanalytischen Untersuchung 208; Abtrennung kleiner Mengen Al von viel Eisen 166; papierchromatographische Trennung des Be von Al 360; acidimetrische Analyse von Natriumaluminat 382; Bestimmung in Kupferlegierungen 381; Bestimmung in Zirkonium durch Ionenaustausch 58; photometrische Bestimmung in Alkalihydroxyden 383; spektrochemische Bestimmung in Zr-Metall 210; spektrographische Bestimmung in Hochofenschlacken 212; spektrophotometrische Bestimmung in Thorium 384; spektroskopische Bestimmung im Stahl 171; spektralanalytische Bestimmung von Zinkspuren in Aluminium 209.

Aluminiumlegierungen, komplexometrische Bestimmung von Ni 456; Probeherstellung zur spektralanalytischen Untersuchung 208.

Aluminiumnitrid, Bestimmung in Kohlenstoffstählen 315.

Aluminiumseife, Bestimmung von Fettsäuren 159.

Aluminium - Zink - Magnesiumlegierungen, spektrochemische Bestimmung von Zn, Mg, Cu, Fe, Si, Mn, Cr und Ti 208.

Ameisensäure, Bestimmung in nicht wäßriger Lösung 56; bromometrische Bestimmung 311; Reaktionen bei der nassen Veraschung 131; Retentionsvolumen 450.

Amine, chromatographischer Nachweis mit Streichreagenzien 43; gaschromatographische Trennung 451; Farbreaktionen primärer aromatischer Amine 139.

4-Amino-4′-chlordiphenyl, Reagens zur Schwefelsäurebestimmung 74.

α-Aminoalkohole, Bestimmung mit Überjodsäure 307.

Aminogruppen, spektrophotometrische Bestimmung mit diazotierter Sulfanilsäure 307.

Aminosäuren, Nachweis mit Alkalikobalt(III)-carbonat und Chrom(III)-Verbindungen 314; Auswertung der Papierchromatogramme mit selbstgebautem Elektrophotometer 441; colorimetrische Bestimmung 48; papierchromatische Trennung 120; papierchromatographische Bestimmung im Käse 48.

α-Aminosäuren, radiochemische Bestimmung 225.

p-Aminosalicylsäure, Titration in nicht wäßriger Lösung 57.

Ammoniak, amperometrische Titration mit Hypochloritlösung 439; Bestimmung mit Hypobromit im Entstehungszustand 390; thermometrische Titration 65; gaschromatographische Trennung von Aminen 451; Bestimmung des Ammoniakstickstoffes in Wasser und Abwasser 150.

Ammoniumpyrrolidindithiocarbaminat, Reagens zur Anreicherung von Spurenelementen in Reinstaluminium 21; Darstellung 26.

Amperometrische Titrationen, Bestimmung von Cystein und von freien Sulfhydrylgruppen in Eiweißstoffen 440; von Hydroxylamin mit $KBrO_3$- oder $TiCl_3$-Lösung 439; von Kupfer mit Kaliumäthylxanthogenat 439; Mercaptan in Silbernitratlösung 155; von Palladium 440; von Silber mit Eisen(II)-sulfatlösung 376; von Stickstoff in organischem Material 439; indirekte Uranbestimmung 390.

n-Amylamin, Retentionsvolumen 452.

Anabasin, papierchromatographische Bestimmung in Tabakalkaloiden 122.

Androgene, Sichtbarmachung der papierchromatographischen Flecken 126.

Anilin, Titration in nicht wäßriger Lösung 56.

Anorganische Sulfate, Sulfatbestimmung nach dem modifizierten Benzidinverfahren 74.

Anthracen, ultrarotspektrographische Identifizierung 285.

Anthranilsäure, Einflüsse auf die fluorimetrische Bestimmung 284.

Antimon, Nachweis mit Morin 67; spektrochemische Bestimmung 207; Anreicherung bei der Spurenanalyse von Reinstaluminium 22; spektrographische Bestimmung in Letternmetall 209; Bestimmung in organischen Verbindungen 78; neben organischen Stoffen 131; in aromatischen organischen Verbindungen 77.

Antipyrin, quantitative Bestimmung 463.

AOAC-Methoden zur Bestimmung von Benzoylperoxyd in Mehl und Brot 149; zur Bestimmung des Eigehaltes von Eierteigwaren 236.

Apfelsaft, Bestimmung der Aromazahl 144.

Arabinose, Bestimmung mit Hilfe der Kiliani-Reaktion 314.

Arginin, Bestimmung durch Ionenaustauschchromatographie 64; radiochemische Bestimmung 225.

Argon, chromatographische Abtrennung aus einem Gasgemisch 453.

Aromatische Äther, Nachweis durch Streichreagenzien in der Säulenchromatographie 44.

Aromatische Amine, chromatographischer Nachweis mit Streichreagenzien 43; Farbreaktionen und Tüpfelnachweis primärer aromatischer Amine 139.

Aromatische Kohlenwasserstoffe, Nachweis durch Streichreagenzien in der Säulenchromatographie 44.

Aromatische Nitroverbindungen, Infrarotspektra 288.

Aromazahl von naturreinen Apfel- und Traubensäften 144.

Arsen, Bestimmung des elementaren Arsens 461; Bestimmung in Arsenaten, Arseniten, Arsenidosulfiden, Sulfoarsenaten, Sulfiden und Sulfoarseniten, Arsenolit und Klaudetit, Gersdorffit, Glaukodit, Arsenopyrit, Nikkelin, Chloranthit, Smaltin und Lellingit 460; spektrochemische Bestimmung 207; spektrographische Bestimmung in Letternmetall 209; Bestimmung neben organischen Stoffen 131.

Arsenate, Bestimmung von Arsen 460.

Arsenerze, rationelle Analyse 460.

Arsen(III)-oxyd, Bestimmung mit Kaliumperjodat 67.

Arsenidosulfide, Bestimmung von Arsen 460.

Arsenige Säure, amperometrische Titration mit Hypochloritlösung 439.

Arsenite, Arsenbestimmung 461.

Arsenolit, Arsenbestimmung 461.

Arsenopyrit, Arsenbestimmung 461.

Arsentrichloridlösung, Maßflüssigkeit für Titrationen in nicht wäßriger Lösung 56.

Aryloxyessigsäuren, papierchromatographische Trennung 120.

Arzneimittel, Bestimmung von Eisen(II)-salzen und Metallverreibungen 461; Bestimmung von Zn, Hg und Bi in homöopathischen Metallverreibungen 461; photometrische Bestimmung von Acetanilid, Lactophenin, Phenacetin, Rodilone, Tibatin und Tebethion 277.

Ascorbigen, (stickstoffhaltige Anlagerungsverbindung der Ascorbinsäure) Bestimmung der Zusammensetzung nach verschiedenen Methoden 364.

Ascorbinsäure, Nachweis 309; Nachweis mit Alkalikobalt(III)-carbonat und Chrom(III)-Verbindungen 314; papierchromatographische Bestimmung in Pflanzensäften 51; polarographische Bestimmung im Ascorbigen 364.

Asparaginsäure, Bestimmung durch Ionenaustauschchromatographie 64; papierchromatographische Bestimmung im Käse 48; N-Bestimmung 72.

Atropin, Verhalten bei der N-Bestimmung nach Kjeldahl 72, 74.

Augenkammerwasser, radiochemische Bestimmung des Jodgehaltes 223.

Auripigment, Arsenbestimmung 461.

Ausatmungsluft, Alkoholnachweis 79.

Auxenit, polarographische U-Bestimmung 434.

Barbitursäure, Nachweis mittels künstlicher Höhensonne 12; Titration in nicht wäßriger Lösung 57.

Barium, qualitativer Nachweis mit Kaliumkrokonat 378; Bestimmung in organischen Verbindungen 78; flammenphotometrische Bestimmung neben Ca und Sr 282.

Bariumnitrat, chromatographische Trennung von Calcium- und Strontiumnitrat 43.

Bariumsuccinat, Bestimmung durch Ionenaustausch 60.

Bariumsulfat, Bestimmung durch Ionenaustausch 60; röntgenographische Untersuchung von mitgefällten Verunreinigungen 299.

Baumwollsaatöl, Nachweis in Fetten 158.

Bauxit, röntgenfluorescenzspektrometrische Bestimmung von Niob in Bauxit 283.

Beersches Gesetz und Spektrophotometerlinearität 288.

Benzin, Nachweis von Cu-Spuren 370.

Benzoesäure, Bestimmung in nicht wäßriger Lösung 56.

Benzoesäuren, Genauigkeit radiometrischer ^{14}C-Bestimmungen in substituierten Benzoesäuren 224.

Benzol, chromatographische Trennung von Butan-2-on, Chlorbenzol, Heptan, Hexan, Cyclohexan, Pentan, Pyridin, Tetrachlorkohlenstoff, Toluol, o-Xylol, Wasser 448.

Benzoylperoxyd, Bestimmung in Mehl und Brot 149.

Benzthiazan, Verhalten bei der N-Bestimmung nach Kjeldahl 74.

Benzylalkohol, Nachweis durch Streichreagenzien in der Säulenchromatographie 44.

Berberinsulfat, chromatographische Bestimmung 447.

Bernsteinsäure, papierchromatographische Identifizierung 47.

Beryllium, Nachweis mit Morin 66; indirekte jodometrische Bestimmung 376; Extraktion mit organischen Lösungsmitteln nach Zusatz von Buttersäure 377; papierchromatographische Trennung von Aluminium und Eisen 361; Bezugselement in der Spektralanalyse 202.

Betain, Titration in nicht wäßriger Lösung 56.

Bier, Halbmikrobestimmung von Stickstoff 227.

Biologie, Anwendung der fluorimetrischen Analyse 284.

Biologisches Material, Bestimmung von Fluorid 149; von Jod mit Hilfe eines Spezialdestillationsaufsatzes 398; von Jod in stark wasserhaltigem Material 396; colorimetrische Bestimmung organischer Substanzen mittels polarisierter Zustände 173; flammenphotometrische Bestimmung von Na, K, Ca, Mg 279; flammenphotometrische Untersuchung 280; papierchromatographische Bestimmung von Porphyrinen 125; radiochemische Bestimmung von Calcium 318; von Kalium 317; siehe auch Blut, sowie Gewebe.

Blei, alkalimetrische Bestimmung 357; Bestimmung als Sulfat durch Fällung aus homogener Lösung 302; Halbstufenpotential des Tironkomplexes 433; komplexometrische Bestimmung neben Bi 456; spektrochemische Bestimmung 207; Bestimmung in organischen Verbindungen 78; Anreicherung bei der Spurenanalyse von Reinstaluminium 22; spektralanalytische Bestimmung in Nickel 210; in

Kanonenbronze 205; chromatographische Trennung von anderen Metall-Ionen 361; papierchromatographische Trennung von Cu auf getränktem Papier 443; photometrische Wismutbestimmung in Blei 256; polarographische Bestimmung von Cu, Cd, Ni und Zn in Bleisorten 433.

Bleiacetylsalicylat, Bestimmung durch Ionenaustausch 60.

Bleiessig, komplexometrische Alkalibestimmung 228.

Bleilegierungen, photometrische Wismutbestimmung in Pb-Legierungen 256.

Bleitetraacetat, Titration in nicht wäßriger Lösung 56.

Blei-Zinnlegierungen, photometrische Bestimmung von Wismut 255.

Blut, Nachweis von Äthylalkohol 78; Bestimmung von Essigsäure 399; von Jod 396; von Methanol neben Äthanol 79; papierchromatographische Bestimmung von Ketosäuren 444; polarographische Sauerstoff- und Peroxydbestimmung 438; amperometrische Bestimmung von Stickstoff 439; siehe auch biologisches Material.

Blutserum, Bestimmung von Histamin durch Ionenaustausch 62; Bestimmung von Jod 397; Untersuchung des Papierelektropherogrammes 294.

Bor, Bestimmung in organischen Verbindungen 78.

Borofluoride, Bestimmung durch Ionenaustausch 60.

Borsäure, thermometrische Titration 65; Bestimmung in Düngemitteln durch Ionenaustausch 130.

Borwasserstoff, siehe Dekaboran.

Brätzusatzmittel, Nachweis phosphathaltiger Brätzusatzmittel in Fleischerzeugnissen 237.

Brechweinstein, Bestimmung mit Kaliumperjodat 67.

Brenzcatechin, percuprimetrische Titration 67; R_f-Wert 50.

Brenzcatechin-3,5-disulfonsäure, siehe Tiron.

Brenzcatechinlösung, Maßflüssigkeit für Titrationen in nicht wäßriger Lösung 56.

Brenztraubensäure, papierchromatographische Bestimmung 47, 445.

Brom, Bestimmung in nicht wäßriger Lösung 56; Mikrobestimmung in organischen Substanzen 135; bromcyanometrische Mikrobestimmung in organischen Verbindungen 305.

Bromat, Bestimmung in nicht wäßriger Lösung 56.

Bromid, Titration in nicht wäßriger Lösung 55.

Brom-Ion, polarographische Bestimmung in Wässern 435.

Bromsäure, Bestimmung in nicht wäßriger Lösung 56.

Bronze, chromatographische Bestimmung von Kupfer 41; spektrochemische Analyse 207.

Brot, Bestimmung von Benzoylperoxyd 149; Bestimmung des Säuregrades 148.

Brucin, papierchromatographischer Nachweis und Trennung von Strychnin 123; quantitative Bestimmung 463; Infrarotabsorption des N-Oxydes von Brucin 140.

Butan, chromatographische Abtrennung aus einem Gasgemisch 453, 455.

Butan-2-on, chromatographische Trennung von Cyclohexan, Benzol und Tetrachlorkohlenstoff 448.

Butter, Bestimmung von Cu und Fe 233.

Butterfett, Untersuchung der Oxydation mit dem Thiobarbitursäuretest 235.

n-Buttersäure, Retentionsvolumen 450.

Butylacetat, chromatographische Trennung von Wasser, Äther, Chloroform, Äthylacetat, Propylacetat, Thiophen, Dioxan, Pyridin und Chlorbenzol 448.

n-Butylamin, Retentionsvolumen 452.

sek. Butylamin, Retentionsvolumen 452.

n-Butylchlorid, gaschromatographische Trennung von Isopropylchlorid, Chloroform und Äthylenchlorid 449.

Butylpyridinpikrat, Erkennung durch Röntgenbeugung 215.

Butyraldehyd, Bestimmung von Crotonaldehyd und Butyraldehyd 310.

Cadmium, indirekte photometrische Bestimmung 388; komplexometrische Bestimmung neben Co, Cu, Ni, Zn 456; Löslichkeitsprodukt des Oxinats und Methyloxinats und p_H-Wert der Fällung 66; volumetrische Bestimmung mit 2-(o-Oxyphenyl)-benzoxazol 300; Bestimmung neben Wismut 456; Trennung von Zn mit Hilfe

feinverteilten Kupfers 379; papierchromatographische Trennung von Zink 443; papierchromatischer Nachweis neben anderen Metallionen 361; Bestimmung in organischen Verbindungen 78; polarographische Bestimmung in Bleisorten 433; in Dentallegierungen 437; spektrographische Bestimmung in Letternmetall 209, in Reinstaluminium 20.

Cadmiumreduktor bei der Fe- und Ti-Bestimmung in Silicaten 89.

Caesium, qualitativer Nachweis auf nassem Weg 241; colorimetrische Bestimmung 368; Bestimmung in organischen Verbindungen 78.

Calcium, Nachweis im qualitativen Analysengang 378; qualitative Halbmikrotrennung von Strontium 378; flammenphotometrische Bestimmung neben Sr und Ba 282; indirekte colorimetrische Bestimmung 377; komplexometrische Bestimmung neben Fe, Al, Mn und Mg 456; photometrische Titration mit Kaliumphthalat neben viel Mg 377; Bestimmung in organischen Verbindungen 78; Bestimmung mit Hilfe von ^{45}Ca in biologischem Material 318; flammenphotometrische Bestimmung in biologischem Material 279; in Futtermitteln 281; spektrographische Bestimmung in Hochofenschlacken 212; in Zr-Metall 210; Spurenbestimmung in Reinstaluminium 19; papierelektrophoretische Bestimmung von ^{45}Ca neben $^{32}PO_2$ 293.

Calciumcarbonat, Schnellbestimmung in gelöschtem Kalk mit der Thermowaage 378.

Calciumhydroxyd, Schnellbestimmung in gelöschtem Kalk mit der Thermowaage 378.

Calciumnitrat, chromatographische Trennung von Strontium- und Bariumnitrat 43.

Calciumoxalat, Beständigkeit des wasserfreien Calciumoxalats 299.

Caprolactam, polarographische Bestimmung in konz. Schwefelsäure 295.

Carbonsäuren, Bestimmung neben Phenol in nicht wäßriger Lösung 57.

Carbonylverbindungen, Fällung mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin 138; papierchromatographische Identifizierung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone 362.

Carboxyl, Bestimmung in oxydierter Stärke 153.

Carboxymethylcellulose, Identifizierung 142.

Carvomenthon, R_f-Wert des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 362.

Casein, gravimetrische und colorimetrische Bestimmung in Milch 234.

Cellulose, Bestimmung mit Hilfe der Kiliani-Reaktion 313; Bestimmung des Polymerisationsgrades teilweise hydrolysierter Cellulose 314; Analyse durch nasse Veraschung 131; Analyse von Phthalsäureestern der Cellulose 154.

Celluloseester, Bestimmung von Kupferspuren durch Aktivierung 216.

Centralit, Infrarotspektrum 288.

Cer, ultraviolettspektrophotometrische Bestimmung 385.

Ceriterden, Abtrennung von Thorium mit 7-Oxycumarin-4-Essigsäure 386.

Chelatometrie, siehe komplexometrische Titrationen.

Chinin, Bestimmung durch Ionenaustausch 62; fluorimetrische Bestimmung 284; quantitative Bestimmung 463; Titration in nicht wäßriger Lösung 55; Infrarotabsorption des N-Oxydes 140.

Chinolin, nasse Veraschung 131; Bestimmung des N-Oxydes neben dem Alkaloid 141.

Chinolin-N-oxyd, colorimetrische Bestimmung durch Farbschwächung von Titan(III)-chloridlösung, auch neben Chinolin 141.

Chlor, mikroanalytische Bestimmung mit Hilfe von MnO_2 69; Bestimmung neben Schwefel in organischen Verbindungen 76; bromcyanometrische Mikrobestimmung in organischen Verbindungen 305; Mikrobestimmung in organischen Substanzen 135; radiochemische Bestimmung in ZnS-Phosphoren 218.

Chloral, Bestimmung von Chloroform und Tetrachlorkohlenstoff neben Chloral 286.

Chloramin T, Bestimmung in nichtwäßriger Lösung 56.

Chloranthit, As-Bestimmung 460.

Chlorbenzol, Nachweis mit Streichreagenzien in der Säulenchromatographie 44; gaschromatographische Trennung von Äther, Äthylacetat, Benzol, Butylacetat, Chloroform, Cyclohexan, Dioxan, n-Heptan, n-Hexan, Pentan, Pyridin, Thiophen, Toluol, Wasser 448.

Chlorhaltige Lösungsmittel, Nachweis in Fetten 158.

Chlorid, Titration in nicht wäßriger Lösung 55.

Chlor-Ionen, Titration mit Quecksilber(II)-nitratlösung in Wasser 150.

Chloroform, gaschromatographische Trennung von Äther, Äthylacetat, Äthylenchlorid, Butylacetat, n-Butylchlorid, Chlorbenzol, Dioxan, Isopropylchlorid, Pyridin, Thiophen und Wasser 448; ultrarotspektrometrische Bestimmung neben Chloral 286.

Chlorogeninacetat, Infrarotspektrum 287.

Chlorphenole, papierchromatographische Trennung 120; von Chlorphenoxyessigsäuren 445.

Chlorphenoxyessigsäuren, papierchromatographische Trennung von Chlorphenolen 445.

3 - Chlorphenylcarbamidsäureisopropylester, quantitative Bestimmung 460.

Chlorpikrindämpfe, Mikrobestimmung in der Luft 316.

Chlorsäure, Bestimmung in nicht wäßriger Lösung 56.

Cholestanol, Sichtbarmachung der papierchromatographischen Flecken 126.

Cholestenol, Sichtbarmachung der papierchromatographischen Flecken 126.

Cholesterin, Sichtbarmachung der papierchromatographischen Flecken 126.

Cholin, Bestimmung neben Lecithin in pflanzlichem Material 5.

Cholinchlorid, quantitative Bestimmung 463.

Chrom, volumetrische Bestimmung nach Oxydation mit Silberperoxyd 393; Bestimmung in organischen Verbindungen 78; Bestimmung durch Röntgenstrahlen-Fluorescenz in Hochtemperatur-Legierungen 214; spektrochemische Bestimmung in Al-Zn-Mg-Legierungen 208; in Reinstaluminium 19; in Crackkatalysatoren 208; in Zr-Metall 210.

Chromatographie, Analyse durch Elution mit kontinuierlich verändertem Eluiermittel 42; Apparatur zur kontinuierlichen Messung und Registrierung der Durchlässigkeit einer Flüssigkeit bei 4 verschiedenen Wellenlängen im UV-Licht 363; Analyse von Mischungen aus 2-Phenyl-chinolin-4-carbonsäure und Salicylsäure 15; Bestimmung der Zusammensetzung von Ascorbigen 364; radiochemische Bestimmung von Metallen auf Chromatogrammen 222; Trennung und colorimetrische Bestimmung von Nucleinsäuren 363; Verteilungschromatographie homologer Serien 442; siehe auch Papierchromatographie und Säulenchromatographie.

Chrysen, ultrarotspektrographische Identifizierung 285.

Cinchonin, quantitative Bestimmung 463; N-Bestimmung 72.

Citrate, Nachweis mit Alkalikobalt(III)-carbonat 314.

Citronensäure, fluorimetrische Bestimmung 283; nasse Veraschung 131; papierchromatographische Identifizierung 47; papierchromatographische Trennung von Milchsäure, Äpfelsäure und Weinsäure 46; Titration mit Hilfe von Luminescenz-Indicatoren 284.

Citropten, papierchromatographische Bestimmung 446.

Citrussäfte, Bestimmung von Pektinstoffen 144.

Cocain, quantitative Bestimmung 463; N-Bestimmung nach Kjeldahl 74.

Codein, chromatographische Trennung von Morphin und Narcotin 46; Infrarotabsorption des N-Oxydes 140.

Codeinphosphat, chromatographische Bestimmung 447.

Coffein, papierchromatographische Bestimmung im Kaffee 123; Titration in nicht wäßriger Lösung 56.

Colamin, percuprimetrische Titration 67.

2,4,6-Collidin, Retentionsvolumen 452.

Cortex Cinchonae, Untersuchung durch Ionenaustausch 62.

Corticosteroide, Sichtbarmachung der papierchromatographischen Flecken 126; papierchromatographische Bestimmung und Trennung 127.

Corticosteron, R_f-Wert 127, 128.

Cronheim-Waresche Reaktion, neue technische Ausführung 267.

Crotonaldehyd, Bestimmung in Butyraldehyd 310.

Cumarin, chromatographische Trennung von Vanillin 45.

Cuproin, siehe 2,2′-Dichinoyl.

Cyanoferrat(II), siehe Ferrocyanid.

Cyclohexan, chromatographische Trennung von Benzol, Butan-2-on, Chlorbenzol, Pyridin und Tetrachlorkohlenstoff 448.

Cyclohexanon, Farbreaktion 311; R_f-Wert des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 362.

Cyclohexylamin, Retentionsvolumen 452.

Cyclopentanon, R_f-Wert des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 362.

Cystein, amperometrische Bestimmung in Eiweißstoffen 440.

Cysteinhydrochlorid, polarographische Bestimmung in Anaerobenkulturen 438.

Cystin, Nachweis mit Chrom(III)-verbindungen 315; N-Bestimmung 72.

Cytidylsäure, chromatographische Reindarstellung 364.

Cytosin, Bestimmung durch Ionenaustauschchromatographie 64.

Daphnetin, papierchromatographische Bestimmung 446.

Daphnin, papierchromatographische Bestimmung 446.

DDT, siehe Dichlordiphenyltrichloräthan.

7-Dehydrocholesterin, Sichtbarmachung der papierchromatographischen Flekken 126.

11-Dehydro-17-oxycorticosteron, R_f-Wert 127.

11-Dehydro-17-α-oxycorticosteron, R_f-Wert 128.

Dekaboran (Borwasserstoff), Analyse 300.

Dekansäure, Retentionsvolumen 450.

Dentallegierungen, polarographische Bestimmung von Au, Cu, Pd und Cd 437.

Desoxycorticosteron, R_f-Wert 127.

11-Desoxycorticosteron, R_f-Wert 128.

11-Desoxy-17-corticosteron, R_f-Wert 127.

11-Desoxy-17-α-oxycorticosteron, R_f-Wert 128.

Desoxypentosenucleinsäure, Bestimmung in Geweben des Nervensystems 80.

Deuterium, Apparatur zur Bestimmung 365.

Deuteriumoxyd, Bestimmung in D_2O/H_2O-Gemischen 364.

Dextrine, Apparatur zur Trennung von Zucker und Stärke 227.

Diacetyldioxim, Reagens zur amperometrischen Bestimmung von Pd 440.

Diacetylmorphin, polarographische Bestimmung 438.

Diäthyläther, Bestimmung von Äthanol durch Ultrarotabsorption 286.

Diäthylamin, Retentionsvolumen 452.

Diäthyldithiocarbaminate, Anwendbarkeit in der Analyse 414.

Diäthylphthalat, Infrarotspektrum 288.

Diarylamine, Nachweis mit Streichreagenzien 43.

Di-n-Butylamin, Retentionsvolumen 452.

Di-sek. Butylamin, Retentionsvolumen 452.

Dicarbonsäuren, papierchromatographische Bestimmung 46.

2,2′-Dichinoyl, Reagens zur spektrophotometrischen Kupferbestimmung 374.

Dichlordiphenyltrichloräthan (DDT), Bestimmung von HCH neben DDT 189.

Dichlormethan, Bestimmung mit Hilfe Ultrarotspektroskopie und Massenspektrometrie 288; Infrarotspektrum 286.

2,4-Dichlorphenol, papierchromatographische Bestimmung 50.

Dicyclohexylthallium(III)-Ionen, Reagens zur Nitratbestimmung 387.

Diensäuren, Bestimmung in Materialien, die Eläostearinsäure enthalten 156.

Digilanid A, B und C, R_f-Wert und Fluorescenzreaktion 125.

Digitalisglucoside, papierchromatographische Trennung 124; chemische Bestimmung mit Hilfe der Baljet-Reaktion 464.

Digitalisinhaltsstoffe, papierchromatographische Charakterisierung 125.

Digitoxin, R_f-Wert und Fluorescenzreaktion 125.

Di-Isobutylamin, Retentionsvolumen 452.

Di-Isopropylamin, Retentionsvolumen 452.

Dimethylamin, gaschromatographische Trennung von Ammoniak und anderen flüchtigen Aminen 451; Retentionsvolumen 452.

2,2-Dimethylcyclohexanon, R_f-Wert des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 362.

2,5-Dimethylphenol, papierchromatographische Bestimmung 50.

Dimethylpikrat, Erkennung durch Röntgenbeugung 215.

α,α-Dimethylpropionsäure, Retentionsvolumen 450.

Dimethylthiocarbamide, jodometrische und mercurimetrische Bestimmung 140.

Dinitrotoluol, Infrarotspektrum 288.

Dioxan, gaschromatographische Trennung von Wasser, Äther, Chloroform, Äthylacetat, Thiophen, Pyridin, Butylacetat und Chlorbenzol 448.

2,4-Dioxybenzophenon, Nachweis in Polymethylmethacrylaten und Mischpolymerisaten von Methylmethacrylat und Äthylacrylat 155.

Di-n-Propylamin, Retentionsvolumen 452.

α,α′-Dipyridyl, N-Bestimmung 72.

Disulfidgruppen, colorimetrische Bestimmung mit Phosphorwolframat 400.

Dodekansäure, Retentionsvolumen 450.

Drogen, Apparat zur Bestimmung von ätherischem Öl 239; Bestimmung des ätherischen Öls 240; Bestimmung von Wasser 143.

Drosgeninacetat, Infrarotspektrum 287.

Düngemittel, Bestimmung von Borsäure durch Ionenaustausch 130.

Eierteigwaren, Ermittlung des Eigehaltes 236.

Eigehalt, Bestimmung in Eierteigwaren 236.

Eisen, Nachweis von Fe(III) mit Oxin 393; colorimetrische Bestimmung mit Chromgelb O 394; mit α-Isonitrosoacetylessigsäureester 394; mit α-Picolinsäure 395; komplexometrische Bestimmung neben Cu 458; Löslichkeitsprodukt und p_H-Wert der Fällung des Methyloxinats 66; photometrische Bestimmung mit Bromwasserstoffsäure 102; mit Calcodur-Gelb 4GL 395; radiochemische Erfassung 222; spektrochemische Bestimmung 207; Bestimmung durch Röntgenstrahlen-Fluorescenz in Hochtemperatur-Legierungen 214; Bestimmung in mattierter Viscose-Kunstseide 154; in Milch und Milchprodukten 233; in organischen Verbindungen 78; spektrochemische Bestimmung in Al-Zn-Mg-Legierungen 208; in Reinstaluminium 20; in Crackkatalysatoren 208; in Hochofenschlakken 212; in Letternmetall 209; in Nickel 210; in Zr-Metall 210; titrimetrische Bestimmung in Silicaten 88; Bestimmung von metallischem Eisen neben FeO und Fe_2O_3 im Eisenschwamm 304; Identifizierung von ^{60}Co neben ^{55}Fe 226.

Eisen-Chrom-Molybdänlegierungen, Mo-Bestimmung durch Ionenaustausch 59.

Eisen(II)-oxyd, Bestimmung neben Eisen und Fe_2O_3 im Eisenschwamm 304.

Eisen(III)-oxyd, Bestimmung neben Fe und FeO im Eisenschwamm 304.

Eisen(II)-salze, Bestimmung in Arzneimitteln 461.

Eisenschwamm, Bestimmung von metallischem Eisen, FeO und Fe_2O_3 nebeneinander 304.

Eisensulfid, Mitfällung durch Metallsulfide 300.

Eisen-Tiron-Komplex, Ermittlung des Molverhältnisses Eisen und Tiron durch Absorptionsphotometrie 289.

Eiweiß, elektrophoretische Bestimmung in Serum und Harn 295.

Eiweißgebundenes Jod, siehe Jod.

Eiweißhydrolysate, Bestimmung von Alanin und Threonin 320; qualitative papierchromatographische Analyse 446.

Eiweißstoffe, amperometrische Bestimmung von Sulfhydrylgruppen 440; nasse Veraschung 131.

Elektronensonde, Verwendung in der Mikroanalyse 296.

Elektrophoresegerät zur Bestimmung von Eiweiß in Serum und Harn 295.

Elektrophotometer zur Auswertung von Farbflecken auf Papierchromatogrammen 441.

Emissionsspektrographie, Verhalten verschiedener Metalle 205.

Endiole, Anfärbung mit Piperazin auf Chromatogrammen 444.

Ephedrin, Titration in nicht wäßriger Lösung 56.

Epicholesterin, Sichtbarmachung der papierchromatographischen Flecken 126.

Erdalkalinitrate, chromatographische Trennung 43.

Erdgas, chromatographische Untersuchung 453.

Ergosterin, Sichtbarmachung der papierchromatographischen Flecken 126.

Erze, photometrische Wismutbestimmung 255.

Essig, Quecksilbernachweis zur Unterscheidung zwischen Gärungsessig und Syntheseessig 145.

Essigsäure, Retentionsvolumen 450; thermometrische Titration 65; Titration mit Hilfe von Luminescenz-Indicatoren 284; colorimetrische Bestimmung im Harn 399; photometrische Mikrobestimmung in Blut und Geweben 399.

Essigsäureanhydrid, Bestimmung durch Acetylierung des Anilins und seiner diazometrischen Titration 311.

Estermenthol, Halbmikrobestimmung 240.

Eugenol, Anfärbung durch Piperazin auf Chromatogrammen 444.

Extracelluläre Zucker, siehe Zucker.

Extractum Cinchonae, Untersuchung durch Ionenaustausch 62.

Fachwörterbuch für Chemie (Fouchier-Billet) 432 [L].

Fällung aus homogener Lösung, Bestimmung von Blei als Sulfat 302.

Fett, Abschätzen des Restfettgehaltes von Textilien 156; Bestimmung in Molkenkäse 236.

Fette, Probenahme 157; qualitative Prüfung 157; Bestimmung der Jodzahl 317; nasse Veraschung 131.

Fettfreie Trockenmasse, siehe Trockenmasse.

Fettsäuren, Bestimmung in Aluminiumseife 159; in Gemischen mit Oxyfettsäuren 312; chromatographische Trennung von Fettsäuredämpfen an einer Kieselgursäule 449.

Flammenphotometrie, Aufbau und Arbeitsweise eines einfachen Lange-Flammenphotometers 280; Modell III (Zeiß) 205; einfaches Flammenphotometer 280; Anwendung eines Hochfrequenz-Entladungsbrenners 280; des Sauerstoff-Acetylenbrenners 281; Entwicklung 279; Kombination verschiedener Filter zur Erhöhung der Trennschärfe 279; Bestimmung von Calcium nach Fällung als Oxalat 282; des Ca-Gehaltes in Futtermitteln 281; von Ca, Sr und Ba nebeneinander 282; Bestimmung von Li in Mg-Li-Al-Legierungen 281; von Natrium und Kalium 281; Bestimmung von Na, K, Ca und Mg in biologischem Material 279.

Flavine, papierchromatographisches Verhalten 362.

Flavonfarbstoffe, papierchromatographische Mikroanalyse 122.

Flavonoide, papierchromatographische Identifizierung 121.

Flavonole, qualitative Nachweise durch Fluorescenz 339; quantitative photometrische Bestimmung 340.

Flavonolglucoside, quantitative photometrische Bestimmung 340.

Fleischbrühe, Bestimmung von Gelatine 237.

Fleischerzeugnisse, Nachweis phosphathaltiger Brätzusatzmittel 237.

Fleischextrakt, Bestimmung von Gelatine 237.

Fluor, Bestimmung in siliciumorganischen Verbindungen 117.

Fluorescenzanalyse, Fortschritte 283.

Fluorescenzindicatoren, Vorteile 284.

Fluorhaltige organische Substanzen, Bestimmung von C und H 70.

Fluorid, Titration in Trinkwasser und biologischem Material 149.

Fluoride, Bestimmung durch Ionenaustausch 60.

Fluorimetrie, Abhängigkeit der Fluorescenz vom p_H-Wert und Löschern 284; Anwendung in der Analyse funktioneller Gruppen 284; in der Biologie 284; in der Geologie 283; Bestimmung von Al mit 8-Oxychinolin 383; Uranbestimmung 283.

Flußspatkonzentrate, spektralanalytische Bestimmung von Kieselsäure 199.

Formaldehyd, Bestimmung in Gegenwart von Phenolen und Phenolalkoholen 309; in Harnstoff-Formaldehyd-Kondensaten 155; R_f-Wert des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 362.

Fraxetin, papierchromatographische Bestimmung 446.

Fraxin, papierchromatographische Bestimmung 446.

Fruchtextrakte, Bestimmung von Wasser 146.

Fructose, colorimetrische Bestimmung 151.

Früchte, Bestimmung des Gesamtpektins 143.

Fumaraldehydsäure, colorimetrische Bestimmung mit p-Aminophenol 309.

Funkenerzeuger, Überwachung des Entladekreises 206.

Funktionelle Gruppen, Nachweis mit Überjodsäure 307; fluorimetrische Bestimmung 284.

Futtermittel, colorimetrische Bestimmung von Procain-Benzylpenicillin 463; flammenphotometrische Bestimmung des Ca-Gehaltes 281.

G-Säure, R_f-Wert 445.

Gärungsessig, Unterscheidung von Syntheseessig 145.

Galactose, Bestimmung mit Hilfe der Kiliani-Reaktion 314.

Gallium, Anreicherung bei der Spurenanalyse von Reinstaluminium 22; Nachweis mit Morin 66.

Gasanalysator zur Bestimmung von Kohlenoxyd und Kohlendioxyd 458.

Gegenstromelektrophorese, Methode und Apparatur 291.

Gelatine, Identifizierung 142; percuprimetrische Titration 67; Bestimmung in Fleischextrakt und Fleischbrühe 237.

Gelöschter Kalk, Schnellbestimmung von Calciumhydroxyd, Magnesiumhydroxyd und Calciumcarbonat 378.

Genochinin, Infrarotabsorption 141.

Genostrychnin, siehe Strychnin-N-oxyd.

Geologie, Anwendung der fluorimetrischen Analyse 283.

Geosid, (Glucosid des Eugenols) Bestimmung in Wurzeln von Geum-Arten 463.

Germanium, Nachweis mit Morin 67; Bestimmung mit Hilfe der radiochemischen Verdünnungsanalyse 219; Bestimmung in organischen Verbindungen 78.

Gersdorffit, Arsenbestimmung 461.

Gesättigte Kohlenwasserstoffe, Bestimmung der Ringzahl 138.

Gesamtkohlenhydrate, Bestimmung in Hefe 230.

Getreidekorn, Bestimmung der Stärke 148.

Geum-Arten, Bestimmung von Geosid 463.

Gewebe, photometrische Mikrobestimmung von Essigsäure 399.

Gewürze, Analyse durch nasse Veraschung 131.

Gifte, Nachweis fester organischer Gifte durch Mikroschmelzpunktbestimmung 160; Nachweis von für sich und mit Wasserdampf flüchtigen Giften 160.

Gitogeninacetat, Infrarotspektrum 287.

Gitoxin, R_f-Wert und Fluorescenzreaktion 125.

Glaukodit, Arsenbestimmung 461.

Glucan, Bestimmung in Hefe 230, 231.

Gluconsäure, Bestimmung mit Überjodsäure 307.

Glucose, Bestimmungsmethoden 313; Bestimmung mit Hilfe der Kiliani-Reaktion 314; percuprimetrische Titration 67.

Glutaminsäure, Bestimmung durch Ionenaustauschchromatographie 64; papierchromatographische Bestimmung im Käse 48.

Glutathion, polarographische Bestimmung in Anaerobenkulturen 438.

Glycerin, Bestimmung mit Überjodsäure 307; nasse Veraschung 131; percuprimetrische Titration 67.

Glycin, Bestimmung durch Ionenaustauschchromatographie 64.

Glycylglycin, Abbauprodukte bei percuprimetrischer Titration 67.

Glykogen, Bestimmung in Hefe 230, 231.

Glykokoll, Nachweis mit Alkalikobalt-(III)-carbonat 314; Nachweis als Triglycylchrom 315; percuprimetrische Titration 67; N-Bestimmung 72.

Glykolsäure, Abbauprodukte bei percuprimetrischer Titration 67.

Gold, polarographisches Verhalten in einer Lösung von Äthylendiamintartrat 436; polarographische Bestimmung 436; neben Palladium 436; neben anderen Metallen unter Anwendung von Komplexonen 437; in Dentallegierungen 437; Bestimmung in organischen Verbindungen 78.

Grenzkohlenwasserstoffe, gaschromatographische Bestimmung 454.

Grubenluft, chromatographische Bestimmung von Methan 453.

Guajacol, papierchromatographische Bestimmung 51.

Guanin, Bestimmung durch Ionenaustauschchromatographie 64.

Guanylsäure, chromatographische Reindarstellung 364.

Gummi arabicum, Identifizierung 142.

Gummigutt, Identifizierung 142.

Halogen, Bestimmung in fluorhaltigen Siliconharzen 117; Schnellbestimmung in fluorhaltigen silicumorganischen Verbindungen 115; Lampe zur Schnellbestimmung in organischen Substanzen 133; Mikrobestimmung in organischen Verbindungen 75; potentiometrische Mikrobestimmung in organischen Verbindungen 134.

Handbuch der physiologisch- und pathologisch-chemischen Analyse (Hoppe-Seyler/Thierfelder Bd. 1) 396 [L].

Handelspropan, ultrarotspektrographische Untersuchung 285.

Harn, colorimetrische Bestimmung der Essigsäure 399; elektrophoretische Eiweißbestimmung 295; Schwefelbestimmung 74.

Harnöstrogene, chromatographische Trennung 46.

Harnstoff, Titration in nicht wäßriger Lösung 56.

Harnstoff - Formaldehyd - Kondensate, Bestimmung von Methylolgruppen 155; Formaldehydbestimmung 155.

Harnstoffverbindungen, Infrarotspektra 288.

Harzsäuren, Nachweis in Fetten 158.

Hecogeninacetat, Infrarotspektrum 287.

Hefe, chromatographische Bestimmung von Nucleotiden in Suspensionsflüssigkeit bestrahlter Hefe 363; Fraktionierung der Kohlenhydrate 229; Trennungsgang für die Hefekohlenhydrate 231.

Heizöl, Bestimmung von C und H 70.

Helium, chromatographische Abtrennung aus einem Gasgemisch gemeinsam mit Neon 453.

n-Heptan, gaschromatographische Trennung von Wasser, Isopentan, n-Pentan, n-Hexan, Benzol, Toluol und Chlorbenzol 448.

Heptane, chromatographische Trennung von Hexanen 448.

Heptansäure, Retentionsvolumen 450.

n-Heptylamin, Retentionsvolumen 452.

Hernianin, papierchromatographische Bestimmung 446.

Hexachloräthan, Bestimmung mit Hilfe von Ultrarotspektroskopie und Massenspektrometrie 288.

γ-Hexachlorcyclohexan (HCH), polarographische Bestimmung neben DDT 189.

n-Hexan, gaschromatographische Trennung von Wasser, Isopentan, n-Pentan, Benzol, n-Heptan, Toluol und Chlorbenzol 448.

Hexane, chromatographische Trennung von Heptanen 448.

Hexansäure, Retentionsvolumen 450.

Hexosen, colorimetrische Bestimmung neben Pentosen 151.

Hexureachrom(III)-chlorid, Verwendung bei der Untersuchung von Urin 315.

n-Hexylamin, Retentionsvolumen 452.

Histamin, Bestimmung in Plasma und Blutserum durch Ionenaustausch 62; papierchromatographische Bestimmung 49.

Histidin, Bestimmung durch Ionenaustauschchromatographie 64; N-Bestimmung 72.

Hochfrequenzentladungsbrenner, Anwendung in der Flammenphotometrie 280.

Hochofenschlacken, spektrographische Analyse 211.

Hochtemperatur - Legierungen, Analyse durch Röntgenstrahlen-Fluorescenz 214.

Hochtemperaturöfen zur organischen Elementaranalyse 68.

Holzöl, papierchromatographische Bestimmung 54.

Homogene Lösungen, siehe Fällung aus homogener Lösung.

Honig, Bestimmung von Wasser 146; Zuckerbestimmungsmethoden 229.

Hydrastininhydrochlorid, chromatographische Bestimmung 447.

Hydrazin, Bestimmung mit Kaliumperjodat 67.

Hydrochinon, R_f-Wert 50.

Hydrogencarbonat, potentiometrische Bestimmung in Soda 297.

Hydroxyd, potentiometrische Bestimmung in Soda 297.

Hydroxylamin, amperometrische Titration mit $KBrO_3$- oder $TiCl_3$-Lösung 439.

Hypoxanthin, Bestimmung durch Ionenaustauschchromatographie 64.

Imidazol, Verhalten bei der N-Bestimmung nach Kjeldahl 74.

Inden, ultrarotspektrographische Reinheitsprüfung 285.

Indium, Nachweis mit Morin 67; radiochemische Analyse 217.

Indol, Verhalten bei der N-Bestimmung nach Kjeldahl 74.

Industriespektrograph S2 (Optica) 205.

Infrarotabsorption der N-Oxyde von Chinin, Brucin und Codein 140.

Infrarotspektralanalyse, Untersuchung steroider Sapogenine 287; siehe auch Ultrarotspektralanalyse.

Ionenaustausch, Anwendung in der Pharmazie 62; Anwendung zur Analyse von unlöslichen Stoffen 60; Bestimmung von Aluminium in Zirkonium 58; von Alkaloiden 62; von Alkaloiden in Tabletten 63; von Borsäure in Düngemitteln 130; von Histamin in Plasma und Blutserum 62; von Kupfer in Mineralölen 59; von Molybdän in Fe-Cr-Mo-Legierungen 59; von Sulfat 60; Darstellung von spezifisch wirkenden Austauschern 64; Mikroanalyse von Salzen 61; Trennung von radioaktivem Sc, La und Y 226; Untersuchung in oxydationsmittelhaltiger Lösung 58; vereinfachte Capillarbürette zur Reagensherstellung 128.

Ionenaustauschchromatographie, Trennung von Purinen, Pyrimidinen und Aminosäuren 64; von Sulfonamiden 63.

Ionenaustauschharze, Anwendung in der organischen Analyse 61.

Iridium, Trennung von Platin 353; von Rhodium 355; Verhalten des Chlorkomplexes auf Permutit ES 348.

Irisch-Moos, Identifizierung 142.

Isoamylalkohol, Nachweis 308.

Isoamylamin, Retentionsvolumen 452.

Isobutan, chromatographische Abtrennung aus einem Gasgemisch gemeinsam mit Butan 453.

Isobuttersäure, Retentionsvolumen 450.

Isobutylalkohol, Nachweis 308.

Isobutylamin, Retentionsvolumen 452.

Isobutyraldehyd, R_f-Wert des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 362.

Isohexylamin, Retentionsvolumen 452.

Isoleucin, Bestimmung durch Ionenaustauschchromatographie 64; radiochemische Bestimmung 225.

Isonicotinsäure, Bestimmung mittels Trinatriumpentacyanoamminoferrat 315.

Isopentan, gaschromatographische Trennung von Wasser, n-Pentan, n-Hexan, Benzol, n-Heptan, Toluol und Chlorbenzol 448.

Isopropylalkohol, Nachweis 308.

Isopropylamin, Retentionsvolumen 452.

Isopropylchlorid, gaschromatographische Trennung von n-Butylchlorid, Chloroform und Äthylenchlorid 449.

Isopropylpikrat, Erkennung durch Röntgenbeugung 215.

Isotope, radioaktive, Scintillationsspektrometer zur Erkennung 215.

Isotopenanalyse, Freisetzung von Wasserstoff zur Isotopenanalyse 366.

Isotopenverdünnungsanalyse, Überblick 219.

Isovaleriansäure, Retentionsvolumen 450.

Jarosit, Sulfatbestimmung durch Ionenaustausch 61.

Jod, Bestimmung durch katalytische Entfärbung von Cer(IV)-sulfat durch arsenige Säure, in Blut, Blutserum 396, 397; Bestimmung des eiweißgebundenen Jods nach dem Cer(IV)-Arsenitverfahren 398; Bestimmung in stark wasserhaltigen organischen Materialien 396; radiochemische Bestimmung in Augenkammerwasser 223; Destillationsaufsatz zur Bestimmung in biologischem Material 398;

Jodat, Bestimmung in nicht wäßriger Lösung 56.

Jodid, Titration in nicht wäßriger Lösung 55.

Jodmonochlorid, Bestimmung in nicht wäßriger Lösung 56.

Jodzahl, Bestimmung in Fetten und Ölen 317.

Käse, Bestimmung von Fett in Molkenkäse 236; von Kupfer und Eisen 234; des Wassergehaltes von amerikanischem Käse 236; papierchromatographische Bestimmung der Aminosäuren 48.

Käsezubereitungen, Wasserbestimmung 236.

Kaffee, nasse Veraschung 131; papierchromatographische Trennung und Bestimmung von Coffein und Trigonellin 123.

Kakaokerne, Bestimmung des Schalengehaltes in gebrochenem Kakaokern 238.

Kakaorückstände, Bestimmung von Theobromin 238.

Kalignost, siehe Natriumtetraphenyloborat.

Kalium, qualitativer Nachweis auf nassem Wege gemeinsam mit Rb und Cs 241; Überprüfung des Nachweises mit verschiedenen Reagenzien 366; alkalimetrische Bestimmung neben Na 367; Bestimmung mit Lithiumhexanitrokobaltiat 298; mit Kalignost in Milch 233; colorimetrische Bestimmung mit Dipikrylamin 367; flammenphotometrische Bestimmung 281; gravimetrische Bestimmung mit 12-Molybdänsäure-1-Phosphorsäure 366; maßanalytische Bestimmung 298; Mikrobestimmung in biologischem Material durch Fällung mit radioaktivem Hexanitritrokobaltat 317; Bestimmung in organischen Verbindungen 78; colorimetrische Bestimmung im Serum 78; flammenphotometrische Bestimmung in biologischem Material 279.

Kaliumborhydrid, volumetrische Bestimmung 301.

Kaliumkrokonat, Reagens auf Barium 378.

Kaliumnatriumtartrat, Abbauprodukte bei percuprimetrischer Titration 67.

Kaliumperjodat, volumetrisches Reagens 67.

Kaliumrhodanid, Bestimmung mit Kaliumperjodat 67.

Kalk, siehe gelöschter Kalk.

Kammogeninacetat, Infrarotspektrum 287.

Kanonenbronze, spektrographische Analyse 205.

Karaya-Gummi, Identifizierung 142.

Kartoffelstärke, Bestimmung in Mehl 231.

Kationenaustauscher, Bestimmung von Borsäure in Düngemitteln 130.

α-Ketoglutarsäure, papierchromatographische Bestimmung im Blut 445.

Ketone, flüchtige, Nachweis nach dem Mikrobecherverfahren 160.

Ketone, papierchromatographische Trennung von Aldehyden durch verschiedene Reaktionsfähigkeit 444.

Ketosäuren, papierchromatographische Bestimmung im Blut 444.

Ketosteroide, Reaktion mit aktiviertem Girard-Reagens 224.

Ketosteroidgemische, papierchromatographische Trennung 127.

Kieselsäure, spektralanalytische Bestimmung in Flußspatkonzentraten 199; colorimetrische Erkennung der als Silicomolybdat erfaßbaren Formen 301; Einfluß auf die Al-Bestimmung mit o-Oxychinolin 381.

Klaudetit, Arsenbestimmung 461.

Knochenasche, chromatographische Bestimmung kleiner Phosphatmengen 42.

Kobalt, Nachweis mit Isochinolinammoniumrhodanid 375; Bestimmung durch Röntgenstrahlen-Fluorescenz in Hochtemperatur-Legierungen 215; Fällung mit Arsanilsäure 81; komplexometrische Bestimmung neben Cd 456; photometrische Bestimmung mit Nitriloessigsäure 329; radiochemische Erfassung von Spuren 222; spektrochemische Bestimmung 207; Bestimmung in organischen Verbindungen 78; colorimetrische Spurenbestimmung in pflanzlichem Material 41; polarographische Bestimmung in Sinterhartmetallen 434; in W-Co-Legierungen 435; Anreicherung bei der Spurenanalyse von Reinstaluminium 22; chromatographische Trennung von anderen Metall-Ionen 361; Identifizierung von ^{60}Co neben ^{55}Fe 226; Löslichkeitsprodukt des Oxinats und Methyloxinats und pH-Wert der Fällung 66.

Kobaltsulfid, Mitfällung durch Metallsulfide 300.

Kohle, Bestimmung von C und H 70.

Kohlen, Schwefelbestimmung 74.

Kohlendioxyd, Gasanalysator zur Bestimmung kleiner Mengen CO_2 458.

Kohlenhydrate, Bestimmung in der Hefe 229, 230, 231; Sprühreagens zur papierchromatographischen Erkennung 443.

Kohlenmonoxyd, Schnellbestimmung in Luft 401; chromatographische Abtrennung aus einem Gasgemisch 453; Gasanalysator zur Bestimmung kleiner Mengen CO 458.

Kohlenstoff, Bestimmung in fluorhaltigen organischen Substanzen 70; in organischen Zinnverbindungen 132; in organischen Verbindungen, die Alkalimetalle enthalten 70; in Schwefel und Stickstoff enthaltenden Substanzen 69; Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs in wäßrigen Lösungen 36; mikroanalytische Bestimmung mit Hilfe von MnO_2 69; Genauigkeit radiochemischer ^{14}C-Bestimmung in substituierten Benzoesäuren 224.

Kohlenstoffstähle, Bestimmung von Aluminiumnitrid 315; Bestimmung von Stickstoff 316.

Kohlenwasserstoffe, Bestimmung der Ringzahl ohne Kenntnis des Molekulargewichtes 138.

Kohlenwasserstoffgemische, ultrarotspektroskopische Untersuchung von hochsiedenden Kohlenwasserstoffgemischen 285.

Komplexometrische Titrationen (Chelatometrie), Anwendungen 455; Bestimmung von Aluminium 457; von Eisen und Kupfer nebeneinander 458; von Thorium 457; von Wismut 457; Störungen bei der Titration mit Murexid als Indicator 456.

Komplexon III, Titration mit Thoriumnitratlösung 456.

Kondensierte Phosphate, siehe Phosphate.

Konfitüre, Bestimmung von Wasser 146.

Konjuenfettsäuren, Nachweis in Fetten 158.

Kreatinin, N-Bestimmung 72.

m-Kresol, papierchromatographische Bestimmung 50.

o-Kresol, papierchromatographische Bestimmung 50.

Kresole, ultrarotspektrographische Untersuchung 285.

Kryptogeninacetat, Infrarotspektrum 287.

Künstliche Höhensonne, Anwendung in der qualitativen Analyse 12.

Kuhmilch, gravimetrische Caseinbestimmung 234.

Kupfer, empfindlicher Nachweis mit p-Anisidin 370; empfindlicher Tüpfeltest mit Alizarinblau 369; Nachweis mit Arsanilsäure 85; mit Isochinolinammoniumrhodanid 375; Nachweis in Benzin 370; in Legierungen und Mineralen 87; in metallischem Nickel oder Nickelsalzen 369; im Wasser 369; amperometrische Bestimmung mit Kaliumäthylxanthogenat 439; Bestimmung mit ammoniakalischer Cyanidlösung 372; mit Diäthyldithiocarbaminat neben Nickel 375; chromatographische Bestimmung in Messing und Bronze 41; colorimetrische Bestimmung mit 2,9-Dimethyl-4,7-diphenyl-1,10-phenanthrolin, neben Fe 374; colorimetrische Mikrobestimmung mit Triphenylmethylarsoniumrhodanid 373; elektrolytische Bestimmung 371; Fehlerquellen bei der jodometrischen Titration 372;

gewichtsanalytische Bestimmung mit Alizarinblau 370; komplexometrische Bestimmung neben Cadmium 456; neben Eisen 458; papierchromatographische Bestimmung neben Blei 443; papierchromatographische Trennung von Zink 443; von anderen Metall-Ionen 361; photometrische Bestimmung mit Bromwasserstoffsäure 94, 427; mit Cuproin 374; mit Nitrilotriessigsäure 406; polarographische Bestimmung in Bleisorten 433; in Dentallegierungen 437; radiochemische Erfassung 222; spektrochemische Bestimmung 207; in Reinstaluminium 19; in Al-Zn-Mg-Legierungen 208; in Kanonenbronze 205; in Letternmetall 209; in Nickel 210; in Zr-Metall 210; Halbstufenpotential des Tironkomplexes 433; Trennung von Platin auf Austauschern 355; Trennung von ^{65}Zn 226; Bestimmung in Celluloseestern durch Aktivierung 216; in Milch und Milchprodukten 233; in Mineralölen 59; in organischen Verbindungen 78; in Natriumhydroxyd 375; Herstellung von aktivem Cu zur Zn-Cd-Trennung 379; Löslichkeitsprodukt des Oxinats und Methyloxinats und p_H-Wert der Fällung 66.

Kupferlegierungen, Bestimmung von Aluminium 381.

Kupfer(I)-rhodanid, Titration mit Jodat 373.

Lachsersatz, Salicylsäurebestimmung 238.

Lactophenin, photometrische Bestimmung 277.

Lactose, Bestimmung mit Hilfe der Kiliani-Reaktion 314.

Lanata-Glucoside, papierchromatographische Trennung 125.

Lanthan, Trennung von ^{141}La, ^{46}Sc und ^{90}Y 226.

Lebensmittel, Bestimmung von Wasser 143.

Lebensmittelfarbstoffe, papierchromatographische Trennung von Zwischenprodukten 445.

Lebensmittelfarben, papierchromatographische Identifizierung 53; R_f-Werte 53.

Lecithin, Bestimmung von Cholin neben Lecithin 5.

Legierungen, Kupfernachweis mit Arsanilsäure 87.

Leinöl, papierchromatographische Bestimmung 54.

Lellingit, As-Bestimmung 460.

Leucin, Bestimmung durch Ionenaustauschchromatographie 64; Trennung von Methionin mit Hilfe chromatographischer Analyse mit veränderten Eluiermitteln 42.

Linolensäure, Trennung von Ölsäure und Linolsäure 45.

Linolsäure, Farbreaktionen 308; Bestimmung neben Eläostearinsäure 156; chromatographische Trennung von Ölsäure und Linolensäure 45.

Lipide, fraktionierte papierchromatographische Trennung 126.

Lipoide, Bestimmung der Gesamtlipoide im Serum 400.

Lithium, Bestimmung in organischen Verbindungen 78; flammenspektrometrische Bestimmung in Mg-Li-Al-Legierungen 281.

Lucigenin, Indicator in der Lumineszenzanalyse 285.

Luft, Mikrobestimmung von Chlorpikrindämpfen 316; Schnellbestimmung von Kohlenmonoxyd 401.

Lumineszenz, Nachweis von Wasserstoffperoxyd, Titration starker Basen mit starken Säuren mit Lucigenin als Indicator 284; Reaktionsmechanismus und Aktivierungsenergie 285.

2,4-Lutidin, Retentionsvolumen 452.

2,6-Lutidin, Retentionsvolumen 452.

Lysin, Bestimmung durch Ionenaustauschchromatographie 64.

Magermilch, Bestimmung von Cu und Fe 234.

Magnesium, qualitativer Nachweis neben den Erdalkalimetallen 378; alkalimetrische Bestimmung 299; flammenphotometrische Bestimmung in biologischem Material 279; spektrochemische Bestimmung in Reinstaluminium 19; in Al-Zn-Mg-Legierungen 208; in Hochofenschlacken 212; in Nickel 210; in Zähnen 212; in Zr-Metall 210; Löslichkeitsprodukt des Oxinats und Methyloxinats und p_H-Wert der Fällung 66; Trennung von ^{22}Na 225; Bestimmung in organischen Verbindungen 78.

Magnesiumhydroxyd, Schnellbestimmung in gelöschtem Kalk mit der Thermowaage 378.

Magnesium - Lithium - Aluminiumlegierungen, flammenspektrometrische Bestimmung des Lithiumgehaltes 281.

Maleinaldehydsäure, colorimetische Bestimmung mit p-Aminophenol 309.

Maleinsäure, papierchromatographische Identifizierung 47.

Malonsäure, papierchromatographische Identifizierung 47.

Maltose, Bestimmung mit Hilfe der Kiliani-Reaktion 314.

Mangan, komplexometrische Bestimmung neben Zn und Ni 455, 456; radiochemische Erfassung von Spuren 222; spektrochemische Bestimmung in Reinstaluminium 19; in Al-Zn-Mg-Legierungen 208; in Hochofenschlakken 212; in Nickel 210; volumetrische Bestimmung nach Oxydation mit Silberperoxyd 393; chromatographische Trennung von anderen Metallionen 361; Löslichkeitsprodukt des Oxinats und Methyloxinats und p_H-Wert der Fällung 66.

Mannan, Bestimmung in Hefe 230, 231.

Mannit, percuprimetrische Titration 67.

Mannose, Bestimmung mit Hilfe der Kiliani-Reaktion 314.

Manogeninacetat, Infrarotspektrum 287.

Marmelade, Bestimmung von Stärkesirup 147.

Massenspektrometrie, Bestimmung von Dichlormethan, sym-Tetrachloräthan, Äthylentetrachlorid, Pentachloräthan, Hexachloräthan und Tetrachlorkohlenstoff 288.

Masut, Bestimmung von C und H 70.

Meconsäure, polarographische Bestimmung in Opium 437.

Mehl, Bestimmung von Benzoylperoxyd 149; von Kartoffelstärke 231; des Säuregrades 148.

Mehrkomponenten-Gemisch, spektrophotometrische Bestimmung einer Komponente 290.

Melasse, Bestimmung der durch Hefe nicht vergärbaren, reduzierenden Substanzen 150.

Melezitose, Bestimmung im Honig 229.

Menthol, Halbmikrobestimmung 240.

Menthon, Halbmikrobestimmung 240.

Mercaptane, Nachweis durch Streichreagenzien in der Säulenchromatographie 44; amperometrische Bestimmung mit Silbernitratlösung 155.

Mercaptobenzthiazol, Reagens zur amperometrischen Bestimmung von Pd 440.

Messing, chromatographische Bestimmung von Kupfer 41.

Metallsulfide, Mitfällung von Zink-, Kobalt- und Eisensulfid 300.

Metallverreibungen, Bestimmung in Arzneimitteln 461.

Methan, chromatographische Abtrennung aus einem Gasgemisch 453, 455; chromatographische Bestimmung in Grubenluft 453.

Methanol, Bestimmung durch Oxydation zu Ameisensäure 140; Bestimmung neben Äthanol in Blut und organischem Material 79; Untersuchung von ternären Gemischen mit Äthanol und Aceton 308; siehe auch Methylalkohol.

Methionin, Bestimmung durch Ionenaustauschchromatographie 64; chromatographische Trennung von Leucin 42.

Methylacetylen, chromatographische Trennung aus einem Gasgemisch 455.

Methyl-Äthylacrylat-Polymerisate, Bestimmung von Weichmachern und Stabilisatoren 155.

Methyläthylketon, Farbreaktion 311; R_f-Wert des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 362.

Methylalkohol, Nachweis 308; Nachweis neben Äthylalkohol 160; siehe auch Methanol.

Methylamin, Retentionsvolumen 452.

α-Methylbuttersäure, Retentionsvolumen 450.

Methylcellulose, Identifizierung 142.

Methylchlorid, Infrarotspektrum 286.

Methylcyclohexanon, Farbreaktion 311.

p-Methylguajacol, papierchromatographische Bestimmung 50.

Methylisobutylketon, Farbreaktion 311.

Methylolgruppen, Bestimmung in Harnstoff-Formaldehyd-Kondensaten 155.

Methyloxinate, p_H-Werte der Fällung und Löslichkeitsprodukte 65, 66.

Methylpentanon, Farbreaktion 311.

Methylpikrat, Erkennung durch Röntgenbeugung 215.

α-Methylvaleriansäure, Retentionsvolumen 450.

Mikroanalyse mit Hilfe der Elektronensonde 296.

Mikroelementaranalyse mit leerem Verbrennungsrohr 68.

Milch, Bestimmung der Acidität 233; Bestimmung von Casein 235; von Kalium 233; von Kupfer und Eisen 233; der Trockenmasse und der fettfreien Trockenmasse 233; der Trokkensubstanz 232; Standardisierung der Analysenmethoden 232; siehe auch Kuhmilch.

Milchprodukte, Bestimmung von Cu und Fe 233; Standardisierung der Analysenmethoden 232.

Milchpulver, Bestimmung von Kupfer und Eisen 234.

Milchsäure, Bestimmungsmethoden 319; papierchromatographische Bestimmung 47; papierchromatographische Trennung von Citronensäure, Äpfelsäure und Weinsäure 46.

Minerale, Kupfernachweis mit Arsanilsäure 87.

Mineralöle, Bestimmung von Kupfer durch Ionenaustausch 59.

Mineralwässer, polarographische Bestimmung des S-Gehaltes in schwefelhaltigen Mineralwässern 434; radiochemische Bestimmung von Thoron 220.

Mohlersche Reaktion, Anwendung zur Bestimmung von Benzoylperoxyd in Mehl und Brot 149.

Molkenkäse, siehe Käse.

Molybdän, Bestimmung durch Ionenaustausch in Fe-Cr-Mo-Legierungen 59; Bestimmung durch Röntgenstrahlen-Fluorescenz in Hochtemperatur-Legierungen 215; radiochemische Erfassung von Spuren 222; Spektrochemische Bestimmung in Reinstaluminium 19.

12-Molybdänsäure-1-phosphorsäure als Fällungsmittel für Kalium 366.

Monomethylamin, gaschromatographische Trennung von Ammoniak und anderen flüchtigen Aminen 451.

Monomethylthiocarbamide, jodometrische und mercurimetrische Bestimmung 140.

Monosaccharide, Analyse eines Gemisches mit Oligosacchariden 152.

Morphin, chromatographische Bestimmung in Opium 448; chromatographische Trennung von Codein und Narcotin 46; N-Bestimmung nach Kjeldahl 74.

Morphinhydrochlorid, chromatographische Bestimmung 447.

Morpholin, Retentionsvolumen 452.

Nahrungsmittel, analytische Untersuchung 141.

Naphtha, Bestimmung von C und H 70.

Naphthalin, ultrarotspektrographische Identifizierung 285.

2-Naphthol, Nachweis durch Streichreagenzien in der Säulenchromatographie 44.

Narcotin, quantitative Bestimmung 463; chromatographische Trennung von Codein und Morphin 46.

Natrium, alkalimetrische Bestimmung neben K 367; flammenphotometrische Bestimmung 281; in biologischem Material 279; spektrochemische Erfassung in Crackkatalysatoren 208; papierchromatographische Trennung von ^{22}Na und Mg 225; Bestimmung in organischen Verbindungen 78.

Natriumacetat, Titration in nicht wäßriger Lösung 54.

Natriumaluminat, acidimetrische Analyse 382.

Natriumborhydrid, volumetrische Bestimmung 301.

Natriumcalciumcyanoferrat(II), Reagens zum Nachweis von Kalium 366.

Natriumcarbonat, thermometrische Titration 65.

Natriumdiäthyldithiocarbaminat, Extrahierbarkeit in Abhängigkeit des p_H-Wertes der Lösung 414.

Natriumdithionitlösung, Maßlösung für reduktometrische Bestimmung in nicht wäßrigen Lösungen 56.

Natriumhydroxyd, thermometrische Titration 65; Bestimmung kleinster Mengen von Kupfer 375.

Natriumkobalt(III)-thiosulfat, Reagens zum Nachweis von Kalium 366.

Natriumtetraphenyloborat, als analytisches Reagens 337.

Natriumuranylchromat, Reagens zum Nachweis von Kalium 366.

Naturgas, ultrarotspektrographische Untersuchung 285.

Neon, chromatographische Abtrennung aus einem Gasgemisch gemeinsam mit Helium 453.

Neostigminbromid, chromatographische Bestimmung 447.

Nervensystem, Bestimmung von Desoxypentosenucleinsäure und Pentosenucleinsäure 80.

Nickel, Nachweis mit Isochinolinammoniumrhodanid 375; Bestimmung durch Röntgenstrahlen-Fluorescenz in Hochtemperatur-Legierungen 215; komplexometrische Bestimmung neben Cd, Zn, Mn, Fe, Al 455, 456; in Al-Legierungen 456; polarographische Bestimmung in Bleisorten 433; in Sinterhartmetallen 434; spektrochemische Bestimmung 207; spektrochemische Bestimmung in Crackkatalysatoren 208; in Letternmetall 209; in Reinstaluminium 19; in Zirkonmetall 210; Löslichkeitsprodukt des Oxinats und Methyloxinats und p_H-Wert der Fällung 66; chromatographische Trennung von anderen Metall-Ionen 361; Trennung von Palladium auf Austauschern 355; Bestimmung in organischen Verbindungen 78; Nachweis von Cu in Ni-Metall 369; Bestimmung von Cu in Ni 375; spektralanalytische Bestimmung von Pb, Sn, Zn, Ag, Cu, Mn, Fe, Mg und Si in Nickelmetall 210.

Nickelin, As-Bestimmung 460.

Nickelsalze, Nachweis von Cu in Ni-Salzen 369.

Nicotin, quantitative Bestimmung 463; papierchromatographische Bestimmung in Tabakalkaloiden 122.

Nicotinamid, papierchromatographische Bestimmung 52.

Nicotinsäure, Bestimmung durch Ionenaustauschchromatographie 64; N- Bestimmung 72, 73.

Niob, Bestimmung mit Hilfe des Röntgen-Fluorescenzspektrometers in Bauxit 283; Bestimmung neben Ta und Ti 302, 303; Bestimmung in organischen Verbindungen 78.

Niobiumoxyd, Bestimmung durch Verdünnungs- und Aktivierungsanalyse 218.

Nitrat, Bestimmung in anorganischen Salzen 386; Bestimmung mit Dicyclohexylthallium(III)-Ionen 387; indirekte stannometrische Bestimmung mit Hilfe von Eisen(III)-salzen 388.

Nitrate, Infrarotspektra 288.

Nitrit, bromometrische Bestimmung 311.

p-Nitro-o-Aminoanisol, polarographische Bestimmung 437.

m-Nitroanilin, polarographische Bestimmung 437; polarographische Untersuchung der Süßstoffe der m-Nitroanilin-Reihe 437.

2-Nitrodiphenylamin, Infrarotspektrum 288.

Nitroglycerin, Infrarotspektrum 288.

p-Nitro-o-Toluidin, polarographische Bestimmung 437.

Nitroverbindungen, Nachweis durch Streichreagenzien in der Säulenchromatographie 44; siehe auch aromatische Nitroverbindungen.

Nonansäure, Retentionsvolumen 450.

Nornicotin, papierchromatographische Bestimmung in Tabakalkaloiden 122.

Nucleinsäuren, chromatographische Trennung und colorimetrische Bestimmung im UV-Licht 363.

Nucleotide, chromatographische Bestimmung in Suspensionsflüssigkeit bestrahlter Hefe 363.

Nüsse, Analyse durch nasse Veraschung 131.

Nylon, Analyse durch nasse Veraschung 131.

Nylon-Polymere, chromatographische Trennung an Celit mit kontinuierlich verändertem Elutionsmittel 43.

Obsterzeugnisse, säulenchromatographische Untersuchung der künstlichen Färbung 145.

Öl, refraktometrische Bestimmung in Oliven 235; siehe auch ätherisches Öl.

Öle, Bestimmung der Jodzahl 317.

Ölsäure, chromatographische Trennung von Linolsäure und Linolensäure 45.

Oestradiol, R_f-Wert 128.

Oestriol, R_f-Wert 128.

Oestrogene, papierchromatographische Isolierung und Bestimmung 128.

Oestron, R_f-Wert 128.

Oiticicaöl, papierchromatographische Bestimmung 54.

Octansäure, Retentionsvolumen 450.

Oligosaccharide, Analyse eines Gemisches mit Monosacchariden 152.

Oliven, refraktometrische Ölbestimmung 235.

Olivenöl, Analyse durch nasse Veraschung 131.

Opium, chromatographische Bestimmung von Morphin in Opium 448; polarographische Bestimmung von Meconsäure 437.

Opiumalkaloide, chromatographische Trennung 46.

Orangen, Pektinbestimmung 143.

Organische Elementaranalyse, Hochtemperaturöfen 68.

Organische Fällungsmittel in der quantitativenAnalyse(Prodinger)361[L].

Organische Kieselsäureverbindungen, Bestimmung von Silicium 115, 116.

Organische Säuren, Nachweis durch Streichreagenzien in der Säulenchromatographie 44.

Organische Siliciumverbindungen, Bestimmung von Halogen 115, 117.

Organische Stickstoffbasen, quantitative Bestimmung 463.

Organische Stoffe, Zerstörung mit Salpetersäure und Wasserstoffperoxyd 131.

Organische Substanzen, colorimetrische Bestimmung mittels polarisierter Zustände im biologischen Material 173; Bestimmung von Tellur 137; Lampe zu Schnellbestimmung von Halogenen 133; Mikrobestimmung von Cl und Br 135; von Halogenen 134; von Selen 137; von Stickstoff 132; Mikronachweis von Quecksilber 136; nasse Veraschung 131.

Organisches Material, amperometrische Bestimmung von Stickstoff 439; Bestimmung von Äthanol und Methanol nebeneinander 79.

Orthophosphat, Bestimmung neben kondensierten Phosphaten 159; Erkennung in Waschmitteln 159.

Osmium, Bestimmung in organischen Verbindungen 78.

Oxalat, indirekte colorimetrische Bestimmung 377.

Oxalsäure, nasse Veraschung 131; Titration mit Hilfe von Luminescenz-Indicatoren 284.

Oxin, Reagens zur amperometrischen Bestimmung von Pd 440.

Oxinate, p_H-Bereiche der Fällung 65.

8-Oxychinolin, Nachweis 340; Titration in nicht wäßriger Lösung 56.

17-Oxycorticosteron, R_f-Wert 127.

17-α-Oxycorticosteron, R_f-Wert 128.

Oxyhämoglobin, polarographische Bestimmung des gebundenen Sauerstoffs und des Peroxydsauerstoffs 438.

Oxyhydrochinon, papierchromatographische Bestimmung 50.

2-(o-Oxyphenyl)-benzoxazol, Reagens zur volumetrischen Cadmiumbestimmung 300.

d,l-α-(4-Oxyphenyl)-β-methylaminoäthanoltartrat, chromatographische Bestimmung 447.

Palladium, amperometrische Titration mit organischen Reagenzien 440; photometrische Bestimmung mit Dimethylglyoxim 30; polarographische Bestimmung neben Gold und anderen Metallen 436, 437; in Dentallegierungen 437; Trennung von Platinmetallen auf Austauschern 341; Trennung von ^{103}Pd und Rhodium 225.

Palladiumchlorkomplex, reduzierende Wirkung von Oxalsäure und Essigsäure 347.

Papaverinhydrochlorid, chromatographische Bestimmung 47.

Papierchromatogramme, Erkennung von Farbflecken von Zuckern durch UV-Absorption 443; Ultrarotbestrahlung zur Feststellung farbloser Substanzen 441.

Papierchromatographie, Analyse von Eiweißhydrolysaten 446; von Flavonfarbstoffen 122; von Sulfonamidgemischen 121; von Vitaminen 446; Bestimmung von Alkaloiden 122; von Aminosäuren im Käse 48; von Ascorbinsäure in Pflanzensäften 51; von Brenztraubensäure 47; von Corticosteroid 127; von Histamin 49; von Ketosäuren im Blut 444; der drei Oestrogene 128; von einfachen Phenolen 50; von Porphyrinen in biologischem Material 125; von Umbelliferon, Hernianin, Daphnetin, Äsculetin, Citropten, Fracetin, Umbelliferonglucosid, Daphnin, Äsculin und

Fraxin 446; der Vitamine A und E 52; der Vitamine der B-Gruppe 52; Charakterisierung der Digitalisinhaltstoffe 125; Differenzierte Anfärbung aromatischer Endiole durch Piperazin 444; Elektrophotometer zur schnellen Auswertung von Farbflecken der Aminosäuren 441; Feststellung farbloser Substanzen durch Ultrarotstrahlung 441; Identifizierung von Bestandteilen ätherischer Öle 121; von Flavonoiden 121; der Kohlenhydrate der Hefe 229; von Lebensmittelfarben 53; von organischen Säuren 47; von Phosphatestern 125; der Pteroylglutaminsäure 362; von Tabakalkaloiden 122; Identifizierung und Trennung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone von Carbonylverbindungen 362; Lineare Abhängigkeit des Logarithmus des Retentionsvolumens homologer Reihen 442; Nachweis phosphathaltiger Brätzusatzmittel in Fleischerzeugnissen 237; R_f-Werte der Lebensmittelfarben 53; Sprühreagens für die Bestimmung von Kohlenhydraten und Polyalkoholen 443; Sprühreagenzien zur Erkennung von Zuckern 444; Trennung von Ag, Pb, Cu, Zn, Cd, Hg, Mn, Ni und Co 361; von Aldehyden und Ketonen 444; von Aminosäuren 120; von Aryloxyessigsäuren 120; von Be, Fe und Al 361; von Chlorphenolen und Chlorphenoxyessigsäure 120, 445; von Coffein und Trigonellin in Kaffee 123; von Corticosteroiden 127; der Digitalisglucoside 124; von Di- und Trioxybenzolen 50; von Kationen und Anionen 120; von Ketosteroidgemischen 127; der Lanataglucoside 125; der Lipide 126; von Metall-Ionen auf $Al(OH)_3$-getränktem Filtrierpapier 443; verschiedener Öle 54; nichtflüchtigen organischen Säuren 46; von trägerfreien Radioisotopen 225; von Steroiden 126; von Strychnin und Brucin 123; von Tabakalkaloiden 122; von Zwischenprodukten der Lebensmittelfarbstoffe 445; Übertragung von getrennten Substanzflecken 120; Verhalten der Flavine 362.

Papierelektrophorese, Apparatur 290, 291, 292; Bestimmung von Eiweiß in Serum und Harn 295; von Vitamin B_1 in Gegenwart fluorescierender Substanz 294; Trennung der radioaktiven ^{45}Ca und $^{32}PO_4$-Ionen 293; Untersuchung von menschlichem Blutserum 294; von proteinhaltigen Flüssigkeiten 294.

Paraffine, chromatographische Trennung gasförmiger Paraffine 454.

Parnas-Wagner-Pregl-Apparatur, Abänderung zur Mikrobestimmung von N 133.

Pektin, Bestimmung in Citrussäften 144; des Gesamtpektins in Früchten 143; Identifizierung 142; spez. Reaktion entesterter Pektine 142.

Pektinstoffe, Hexuronsäurereaktion 144.

Pentachloräthan, Bestimmung mit Hilfe von Ultrarotspektroskopie und Massenspektrometrie 288.

Pentan, chromatographische Abtrennung aus einem Gasgemisch 453; gaschromatographische Trennung von Benzol 448.

n-Pentan, gaschromatographische Trennung von Wasser, Isopentan, n-Hexan, Benzol, n-Heptan, Toluol und Chlorbenzol 448.

Pentathionat, polarographisches Verhalten 434.

Pentosen, colorimetrische Bestimmung neben Hexosen 151.

Pentosenucleinsäure, Bestimmung in Geweben des Nervensystems 80.

Peptide, chromatographische Trennung mit Hilfe kontinuierlich veränderter Eluiermittel 42.

Permanganat, Bestimmung in nicht wäßriger Lösung 56.

Peroxydischwefelsäure, Bestimmung neben Wasserstoffperoxyd und Peroxyschwefelsäure 423.

Peroxyschwefelsäure, Bestimmung neben Wasserstoffperoxyd und Peroxydischwefelsäure 423.

Pflanzenfett, Nachweis in Fetten 158.

Pflanzensäfte, papierchromatographische Ascorbinsäurebestimmung 51.

Pflanzliches Material, Bestimmung von Cholin neben Lecithin 5; von Kobaltspuren 41; von Zuckern 314.

Phenacetin, photometrische Bestimmung 277.

Phenobarbital, titrimetrische Bestimmung 464.

Phenol, Nachweis durch Streichreagenzien in der Säulenchromatographie 44; Titration in nicht wäßriger Lösung 56, 57.

Phenolalkohole, Bestimmung von Formaldehyd neben Phenolalkoholen 309.

Phenole, chromatographischer Nachweis nicht substituierter Phenole mit Streichreagenzien 43; Nachweis 309; papierchromatographische Trennung 50; Titration in nicht wäßriger Lösung von Phenolen mit negativen Substituenten, von unsubstituierten und alkyl- oder arylsubstituierten Phenolen 57; Bestimmung von Formaldehyd neben Phenolen 309.

Phenylalanin, Nachweis mit Alkalikobalt(III)-carbonat 314.

Phenylbrenztraubensäure, papierchromatographische Bestimmung im Blut 445.

Phenylcarbamidsäure, Bestimmung der Äthyl- und Isopropylester der Phenylcarbamidsäure 459.

2-Phenyl-chinolin-4-carbonsäure, chromatographische Analyse in Mischungen mit Salicylsäure 15.

2-Phenyl-chinolin-4-carbonsäure, R_f-Wert 17.

Phenylmethylbarbital, titrimetrische Bestimmung 464.

Phenylsalicylat, Nachweis in den Polymethalmethacrylaten und Mischpolymerisaten von Methylmethacrylat und Äthylacrylat 155.

Phloroglucin, quantitative papierchromatographische Bestimmung 51; R_f-Wert 50.

Phosphat, chromatographische Bestimmung kleiner Mengen 42; papierelektrophoretische Bestimmung von $^{32}PO_4$ neben ^{45}Ca 293.

Phosphatase, spektrophotometrische Bestimmung der sauren und alkalischen Phosphatase im Urin 320.

Phosphate, Erkennung in Waschmitteln 158; Bestimmung von Orthophosphat neben kondensierten Phosphaten 159.

Phosphatester, papierchromatographische Identifizierung 125.

Phosphor, Mikrobestimmung in organischen Verbindungen 76, 77.

Phosphorsäure, thermometrische Titration 65.

Phthalate, Infrarotspektra 288.

Piperazin, Bestimmung durch quantitative Fällung 18.

α-Picolin, Retentionsvolumen 452.

β-Picolin, Retentionsvolumen 452.

γ-Picolin, Retentionsvolumen 452.

Plasma, Bestimmung von Histamin durch Ionenaustausch 62.

Platin, Bestimmung in organischen Verbindungen 78; Trennung von anderen Platinmetallen mit Hilfe stark basischer Anionenaustauscher 341.

Platinmetalle, Trennung mit Hilfe stark basischer Anionenaustauscher 341.

Polarographie, Analyse pharmazeutisch wichtiger Substanzen 437; von W-Co-Legierungen 435; Bestimmung von Aceton 295; von Ascorbinsäure in Ascorbigen 364; von Bromid durch Oxydation mit Hypochlorit 435; von Caprolactam in konz. Schwefelsäure 295; von Cu, Cd, Ni und Zn in Bleisorten 433; von Diacetylmorphin 438; von Ni und Co in Sinterhartmetallen 434; des in Oxyhämoglobin gebundenen Sauerstoffes 438; von Schwefel in schwefelhaltigen Mineralwässern 434; von Thioglykolsäure, Cystein und Glutathion in Anaerobenkulturen nach Brewer 438; von Uran 434; neue Form der Quecksilbertropfelektrode 433; Verhalten einiger Metallkomplexe mit Tiron 433; Verhalten von Au, Pd und anderen Metallen in Lösungen von Äthylendiamintartrat 436, 437; von Pd, Au und Ag 436; der Polythionate 434.

Pyolalkohole, Sprühreagens zur papierchromatographischen Erkennung 443.

Polyenfettsäuren, Nachweis in Fetten 158.

Polymetaphosphat, Bestimmung neben Tripolyphosphat 159; von Pyro- neben Polymetaphosphat 159; Erkennung in Waschmitteln 159.

Polymethylmethacrylate, Bestimmung von Weichmachern und Stabilisatoren 155.

Polysaccharide, chromatographische Analyse mit Hilfe von Eluiermitteln kontinuierlich veränderter Zusammensetzung 42.

Polythionate, polarographisches Verhalten 434.

Polyvinylalkohol, Analyse von Phtalsäureestern des Polyvinylalkohols 154.

Porphyrine, papierchromatographische Bestimmung in biologischem Material 125.

Procain-Benzylpenicillin, colorimetrische Bestimmung in Futtermitteln 463.

Progesteron, Sichtbarmachung der papierchromatographischen Flecken126.

Prolin, Bestimmung durch Ionenaustauschchromatographie 64.

Propan, chromatographische Abtrennung aus einem Gasgemisch 453, 455.

Propionsäure, Retentionsvolumen 450.

Propylacetat, gaschromatographische Trennung von Butylacetat 448.

n-Propylalkohol, Nachweis 308.

n-Propylamin, Retentionsvolumen 452.

Propylen, chromatographische Trennung aus einem Gasgemisch 455.

Propylpikrat, Erkennung durch Röntgenbeugung 215.

Protactinium, Trennung von ^{233}U und ^{233}Pa 226.

Proteid-Ammoniakwert zur Charakterisierung von Weinessig 227.

Proteine, Nachweis mit Alkalikobalt-(III)-carbonat 314; papierelektrophoretische Untersuchung proteinhaltiger Flüssigkeiten 294.

Protocatechusäure, chromatographische Trennung von Vanillinsäure 44.

Protonenlose Säuren, Titration in Thionylchlorid 57.

Pteroylglutaminsäure, papierchromatographische Erkennung und Trennung von anderen Pterinen 362.

Purin, Verhalten bei der N-Bestimmung nach Kjeldahl 74.

Pyramidon, quantitative Bestimmung 463.

Pyrargirit, Arsenbestimmung 461.

Pyrazin, Bestimmung in Gegenwart basischer Begleitstoffe 313.

Pyridin, gaschromatographische Trennung von Äther, Äthylacetat, Benzol, Butylacetat, Chlorbenzol, Chloroform, Cyclohexan, Dioxan, Thiophen, Wasser 448; Nachweis mit der künstlichen Höhensonne 12; spektrophotometrische Bestimmung in einem 6-Komponenten-System 290; thermometrische Titration 65; Titration in nicht wäßriger Lösung 56; ultrarotspektrographische Identifizierung und Bestimmung 285.

Pyridoxin, papierchromatographische Bestimmung 52.

3-Pyridylcarbinoltartrat, Titration in nicht wäßriger Lösung 55.

Pyrimidin, Verhalten bei der N-Bestimmung nach Kjeldahl 74.

Pyrogallol, R_f-Wert 50.

Pyrophosphat, Bestimmung neben Orthophosphat in Waschmitteln 159; neben Polymetaphosphat 159; Erkennung in Waschmitteln 158.

Pyrrol, Verhalten bei der N-Bestimmung nach Kjeldahl 74.

Quantitative organische Mikroanalyse, neuere Entwicklung 68.

Quecksilber, Bestimmung in Arzneimitteln 461; in organischen Verbindungen 78; neben organischen Stoffen nach Zerstörung mit Salpetersäure und Wasserstoffperoxyd 131; chromatographische Trennung von anderen Metallionen 361; Mikronachweis in organischen Substanzen 136; Nachweis zur Unterscheidung zwischen Gärungsessig und Syntheseessig 145; radiochemische Erfassung von Spuren 222; Titration in nicht wäßriger Lösung 56.

Quecksilber(I)-chlorid, Titration mit Kaliumperjodat 67.

Quecksilber(I)-Ionen, qualitativer Nachweis 380.

Quecksilbertropfelektrode, neue Form 433.

R-Säure, R_f-Wert 445.

Radiochemische Analyse, Abtrennung trägerfreier Radioisotope auf papierchromatographischem Weg 225; Bestimmung von α-Aminosäuren 225; von Chlorverunreinigungen in ZnS-Phosphoren 218; von Germanium 219; des Jodgehaltes in Augenkammerwasser 223; von Kupferspuren in Celluloseestern 216; von Metallspuren mit aktivem Schwefelwasserstoff 222; der Oxyde von Tantal, Niob und Titan 218; von Radium in Rückständen 221; von kleinen Thalliummengen 216; von Thoron in Mineralwässern 220; kleiner Thyroxinmengen 222; von Uran und Thorium 221; Genauigkeit von ^{14}C-Bestimmungen in substituierten Benzoesäuren 224; Nachweis radioaktiver Verunreinigungen in Wasser 220; Ra-Be-Neutronenquelle für die Aktivierungsanalyse

von Rh, Ag und In 217; Reaktion von Ketosteroiden mit aktiviertem Girard-Reagens 224; Trennung von Sc, La und Y 226.

Radium, Bestimmung in Rückständen 221.

^{220}Radon, siehe Thoron.

Raffinose, chromatographische Bestimmung in Rohzucker 44.

Rahm, Bestimmung von Cu und Fe 233.

Realgar, Arsenbestimmung 461.

Reinstaluminium, spektrochemische Spurenanalyse 19.

Resorcin, quantitative papierchromatographische Bestimmung 51; R_f-Wert 50.

Resorcinmonobenzoat, Nachweis in den Polymethalmethacrylaten und Mischpolymerisaten von Methylmethacrylat und Äthylacrylat 155.

Restzuckerbestimmung, siehe Zucker.

Rhenium, Bestimmung in organischen Verbindungen 78.

Rhodanid, Bestimmung durch Oxydation mit Kaliumpermanganat 275.

Rhodium, Radiochemische Analyse 217. Trennung von ^{103}Pd 226; von anderen Platinmetallen mit Hilfe stark basischer Anionenaustauscher 341; von ^{102}Rh und Ruthenium 225.

Riboflavin, fluorimetrische Bestimmung 284; papierchromatographische Bestimmung 52.

Ricinusöl, Nachweis in Fetten 158; papierchromatographische Bestimmung 54.

Rodilone, photometrische Bestimmung 277.

Röntgenbeugungsaufnahmen zur Unterscheidung verschiedener Alkylpyridine 215.

Röntgen-Fluorescenzspektrometer 282.

Röntgen-Fluorescenzspektrometrie, Methode des inneren Standards 282.

Röntgenstrahlenabsorption, analytische Anwendung 212.

Röntgenstrahlen-Fluorescenz, Anwendung zur Analyse von Hochtemperatur-Legierungen 214.

Röntgenstrahlen-Fluorescenzspektroskopie 213.

Rohfaser, Bestimmung nach dem Weender-Verfahren 156.

Rohzucker, chromatographische Bestimmung von Raffinose 44.

Roniacol, siehe 3-Pyridylcarbinoltartrat

Rubidium, Bestimmung in organischen Verbindungen 78; qualitativer Nachweis auf nassem Wege neben anderen Alkalimetallen 241.

Ruthenium, Abtrennung von ^{102}Rh 225; colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen 304; Trennung von anderen Platinmetallen mit Hilfe stark basischer Anionenaustauscher 341.

Saccharose, Bestimmung in Honig 229; Reaktion mit Alkalikobalt(III)-carbonat 314.

Säulenchromatographie, Analyse anorganischer wäßriger Lösungen 40; Halbmikroanalyse von Gasen 453; quantitative Analyse anorganischer Substanzen 41; Bestimmung von Alkaloiden in Tinctura Ipecacuanhae 446; von Kobaltspuren in pflanzlichem Material 41; von Kupfer in Messing und Bronze 41; von Morphin in Opium 448; von Morphinhydrochlorid, Codeinphosphat, Papaverinhydrochlorid, Berberinsulfat, Hydrastininhydrochlorid, Neostigminbromid, d-Tubocurarinchlorid und d,l-α-(4-Oxyphenyl)-β-methylaminoäthanoltartrat 447; von Nucleotiden in bestrahlter Hefe 363; kleiner Phosphatmengen 42; von Raffinose in Rohzucker 44; von in Wasser gelösten indifferenten Gasen 454; von Tropa-Alkaloiden 447; Streichreagenzien 43; Trennung von 3 Aminen aus einem Gemisch von 4 Aminen 451; von Erdalkalinitraten 43; von flüchtigen Fettsäuredämpfen 449; von Gasen 448; von gasförmigen ungesättigten Kohlenwasserstoffen 454; von gasförmigen Paraffinen 454; der Harnöstrogene 46; isomerer Hexane und Heptane 448; von Ketosteroidgemischen 127; von Leucin und Methionin 42; von Nylon-Polymeren an Celit 43; von Ölsäure, Linolsäure und Linolensäure 45; von Opiumalkaloiden 46; von Peptiden 42; von Syringaaldehyd und Vanillin 45; von Vanillin und Cumarin 45; von Vanillinsäure und Protocatechusäure 44; Untersuchung der künstlichen Färbung von Obsterzeugnissen 145.

Säuren, Nachweis in Fetten 158.

Säurezahl, Bestimmung in Wachsen 316.

Salicylaldoxim, Reagens zur amperometrischen Bestimmung von Pd 440.

Salicylsäure, Bestimmung in Lachsersatz 238; chromatographische Analyse von Mischungen mit 2-Phenylchinolin-4-carbonsäure 15; R_f-Wert 17; Titration mit Hilfe von Lumineszenz-Indicatoren 284.

Salminsulfat, radiochemische Bestimmung 225.

Salpetersäure, Titration in Eisessig 58.

Samogeninacetat, Infrarotspektrum 287.

Sapogenine, ultrarotspektrometrische Untersuchung steroider Spogenine 287.

Sarsasapogeninacetat, Infrarotspektrum 287.

Sauerstoff, chromatographische Abtrennung aus einem Gasgemisch 453; gaschromatographische Bestimmung 454; Mikrobestimmung nach Unterzaucher 305; Nachweis in organischen Verbindungen 305; polarographische Bestimmung des in Oxyhämoglobin gebundenen Sauerstoffes 438.

Scandium, Trennung von ^{46}Sc, ^{141}La und ^{90}Y 226.

Schmieröle, Analyse durch nasse Veraschung 131.

Schokolade, Klären von Lösungen zur Zuckerbestimmung 228.

Schwefel, Bestimmung in Thioharnstoffderivaten 75; in organischen Stoffen nach Zerstörung mit Salpetersäure und Wasserstoffperoxyd 131; Halbmikrobestimmung in organischen Substanzen 74; Mikrobestimmung in organischen Verbindungen 75; in stickstoffhaltigen organischen Verbindungen 74; in chlorhaltigen organischen Verbindungen 76; Bestimmung nach dem Schnellverbrennungsverfahren 69; nasse Oxydation 131; polarographische Bestimmung in schwefelhaltigen Mineralwässern 434; spektrophotometrische Mikrobestimmung von organischem Schwefel 390; Gesamtschwefelbestimmung in Polymethylacrylaten und Mischpolymerisaten von Methylmethacrylat und Äthylacrylat 155.

Schwefelsäure, Titration neben gleichzeitig anwesender Salpetersäure 74.

Schwefelwasserstoff, Nachweis durch Streichreagenzien in der Säulenchromatographie 44.

Scintillationsspektrometer zur Bestimmung von radioaktiven Isotopen 215.

Seifen, Nachweis in Fetten 158.

Selen, Bestimmung in organischen Verbindungen 78; volumetrische Mikrobestimmung in organischen Substanzen 137.

Seltene Erden, photometrisches Bestimmungsverfahren 385.

Serin, Bestimmung durch Ionenaustauschchromatographie 64.

Serum, Bestimmung der Gesamtlipoide 400; colorimetrische Kaliumbestimmung 78; elektrophoretische Eiweißbestimmung 295; Schwefelbestimmung 74.

Sesamöl, Nachweis in Fetten 158.

Silber, Bestimmung in organischen Verbindungen 78; chromatographische Trennung von anderen Metall-Ionen 361; polarographisches Verhalten 436; potentiometrische und amperometrische Titration mit Eisen(II)-sulfat 376; radiochemische Analyse 217; spektralanalytische Bestimmung in Nickel 210; in Letternmetall 209.

Silbernitrat, thermometrische Titration 65.

Silicatanalyse 88.

Silicium, Bestimmung in SiO_2-armen Siliconharzen 116; in organischen Verbindungen 78; Schnellanalysenverfahren für fluorhaltige siliciumorganische Verbindungen 115; spektrochemische Bestimmung in Al-Zn-Mg-Legierungen 208; in Nickel 210; in Zirkonmetall 210.

Sinterhartmetalle, polarographische Bestimmung von Ni und Co 434.

Sitosterin, Sichtbarmachung der papierchromatographischen Flecken 126.

Smaltin, As-Bestimmung 460.

Smilageninacetat, Infrarotspektrum 287.

Soda, Bestimmung von Hydroxyd und Hydrogencarbonat 297.

Sojaöl, papierchromatographische Bestimmung 54.

Sorbose, colorimetrische Bestimmung 151.

Spartein, N-Bestimmung 72.

Spektralanalyse, Anwendung des 35mm-Films 207; Probleme der Leuchtanregung im elektrischen Funken 204; Überwachung des Entladungskreises von Funkenerzeugern 206; Analyse von Aluminium und seinen Legierungen 208; von Reinstaluminium 19; von Hochofenschlacken 211; von Kanonenbronze 205; Bestimmung von Aluminium im Stahl 171; von Mg in Zähnen 212; von Pb, Sn, Zn, Ag, Cu, Mn, Fe, Mg und Si in metallischem Nickel 210; von Verunreinigungen in Crack-Katalysatoren 207; von Zn, Mg, Cu, Fe, Si, Mn, Cr und Ti in Aluminium-Zink-Magnesiumlegierungen 208; von Zinkspuren in Aluminium 209; Reinheitsprüfung von Zr-Metall 210; Untersuchung von Kupfer und Bronze 207; von Lettermetall 209; Verhalten verschiedener Metalle bei der Emissionsspektrographie 205.

Spektrochemische Analyse mit Hilfe eines Gleichstromkohlebogens konstanter Temperatur 204.

Spektrophotometerlinearität 288.

Spektrophotometrie im ultravioletten und sichtbaren Bereich 289.

Spiritus Menthae pip; Gehaltsbestimmung durch Feststellung des Brechungsindexes 240.

Spurenanalyse von Reinstaluminium 19.

Stärke, Apparatur zur Trennung von Zucker und Dextrinen 227; Bestimmung des Carboxylgehaltes oxydierter Stärke 153; Bestimmung durch Säurehydrolyse 153; Bestimmung im Getreidekorn 148; in Lebensmitteln 147; spez. Reaktion 142.

Stärkesirup, Bestimmung in Marmelade 147.

Stagoskopie, Verwendung in der chemischen Analyse 412.

Stahl, photometrische und spektroskopische Aluminiumbestimmung 171; siehe auch Kohlenstoffstähle.

Sterkobilin, papierchromatographische Bestimmung in biologischem Material 125.

Steroide, papierchromatographische Trennung 126; Ultrarotabsorptionsspektra 287.

Stickstoff, chromatographische Abtrennung aus einem Gasgemisch 453; gaschromatographische Bestimmung 454; Bestimmung in Kohlenstoffstählen durch Leitfähigkeitsmessung 316; Bestimmung des Ammoniak-Stickstoffs in Wasser und Abwasser 150; Bestimmung in organischen Substanzen nach Dumas, Reaktionsgleichgewichte 71; verbesserte Mikrobestimmung 71; Bestimmung nach Kjeldahl, Destillationsapparat 72; Abänderung der Apparatur nach Parnas-Wagner-Pregl 133; Katalysatoren 73; Schnellbestimmung 73; Veraschung organischer Verbindungen 72; Bestimmung verschiedener Stickstoff-Formen bei der Kjeldahl-Methode 73; amperometrische Titration in Blut und organischem Material 439; Halbmikrobestimmung in Bier 227; Mikrobestimmung in organischen Verbindungen nach Unterzaucher 132; durch Schnellverbrennung 71; Reststickstoffbestimmung nach der Leipertschen Hypobromitmethode 319.

Stigmasterin, Sichtbarmachung der papierchromatographischen Flecken 126.

Stilben, Nachweis in den Polymethylmethacrylaten und Mischpolymerisaten von Methylmethacrylat und Äthylacrylat 155.

Stovain, quantitative Bestimmung 463.

Streptomyces-Brühen, chromatographische Bestimmung von Histamin 49.

Streptomycinsalze, papierchromatographische Bestimmung von Histamin 50.

Strontium, Nachweis neben Ca und Ba 378; qualitative Halbmikrotrennung von Calcium 378; Bestimmung in organischen Verbindungen 78; flammenphotometrische Bestimmung neben Ca und Ba 282.

Strontiumnitrat, chromatographische Trennung von Calcium- und Bariumnitrat 43.

Strontiumsulfat, Bestimmung durch Ionenaustausch 60.

Strychnin, Bestimmung des N-Oxydes neben dem Alkaloid 141; papierchromatographischer Nachweis neben Brucin 123.

Strychnin-N-oxyd, colorimetrische Bestimmung neben Strychnin durch Farbschwächung von Titan(III)chloridlösung 141.

Süßstoffe, polarographische Untersuchung 437.

Sulfadiazin, Trennung von Sulfanilamid durch Ionenaustauschchromatographie 64.
Sulfanilamid, Trennung von N-Acetylsulfanilamid und Sulfadiazin durch Ionenaustauschchromatographie 64.
Sulfanilsäure, spektrophotometrische Bestimmung von Aminogruppen mit diazotierter Sulfanilsäure 307.
Sulfapyridin, Titration in nicht wäßriger Lösung 56.
Sulfat, Bestimmung durch Ionenaustausch 60; Bestimmung in unlöslichen anorganischen Sulfaten 74; gravimetrische Bestimmung mit Octaamino-μ-amino-μ-nitrodikobalt(III)-nitrat 389; spektrophotometrische Mikrobestimmung 390.
Sulfhydrylgruppen, amperometrische Bestimmung in Eiweißstoffen 440; colorimetrische Bestimmung mit Phosphorwolframat 400.
Sulfid, indirekte photometrische Bestimmung 388; kritische Überprüfung verschiedener Reagenzien zur colorimetrischen Bestimmung 388.
Sulfide, Arsenbestimmung 461.
Sulfoarsenate, Bestimmung von Arsen 460.
Sulfoarsenite, Arsenbestimmung 461.
Sulfonamide, Trennung durch Ionenaustauschchromatographie mit der tracer-Technik 63.
Sulfonamidgemische, papierchromatographische Analyse 121.
Sulfone, chromatographischer Nachweis mit Streichreagenzien 43.
Sulfonylchloride, Tüpfelnachweis 139.
Sulfurolivenöl, Nachweis in Fetten 158.
Syntheseessig, Unterscheidung von Gärungsessig 145.
Syringaaldehyd, chromatographische Trennung von Vanillin 45.

Tabakalkaloide, papierchromatographische Identifizierung 122.
Tantal, Bestimmung in organischen Verbindungen 78; Bestimmung neben Nb und Ti 303.
Tantaloxyd, Bestimmung durch Verdünnungs- und Aktivierungsanalyse 218.
Tartrate, Infrarotspektra 288.
Tebethion, photometrische Bestimmung 277.
Tee, Analyse durch nasse Veraschung 131.
Teesamenöl, Nachweis in Fetten 158.
Tellur, Bestimmung in organischen Verbindungen 78, 137.
Tennantit, Arsenbestimmung 461.
Tertiärer Butylalkohol, Nachweis 308.
sym-Tetrachloräthan, Bestimmung mit Hilfe von Ultrarotspektroskopie und Massenspektrometrie 288.
Tetrachlorkohlenstoff, Bestimmung mit Hilfe von Ultrarotspektroskopie und Massenspektrometrie 288; chromatographische Trennung von Butan-2-on, Cyclohexan, Benzol 448; ultrarotspektrometrische Bestimmung neben Chloral 286.
Tetramethylthiocarbamide, jodometrische und mercurimetrische Bestimmung 140.
Tetraphenyldiboroxyd, analytisches Reagens 337.
Tetrathionat, polarographisches Verhalten 434.
Textilien, Abschätzen des Restfettgehaltes 156.
Thallium, Bestimmung in organischen Verbindungen 78; Erfassung kleiner Mengen durch Aktivierung 216; Löslichkeitsprodukt des Oxinats und Methyloxinats 66; radiochemische Erfassung von Spuren 222; Titration in nicht wäßriger Lösung 56; volumetrische Mikrobestimmung 384.
Theobromin, Bestimmung in Kakaorückständen 238.
Theophorintartrat, Titration in nicht wäßriger Lösung 55.
Thermalwasser, Sulfatbestimmung durch Ionenaustausch 61.
Thermometrische Titration, Methodik 65.
Thiamin, papierchromatographische Bestimmung 52.
Thiazol, Verhalten bei der N-Bestimmung nach Kjeldahl 74.
Thiocyanat, Bestimmung nach Pyridinkernspaltung 13.
2-Thiobarbitursäure, Nachweis mit der künstlichen Höhensonne 12.
Thiobarbitursäuretest zur Untersuchung der Butterfettoxydation 235.
Thiochrom, Einflüsse auf die fluorimetrische Bestimmung 284.

Thioglykolsäure, polarographische Bestimmung in Anaerobenkulturen 438.

Thioglykolsäure-β-aminophthalid, (Thionalid), Reagens zur Anreicherung von Spurenelementen in Reinstaluminium 21.

Thionalid, siehe Thioglykolsäure-β-aminophthalid.

Thiophen, gaschromatographische Trennung von Wasser, Äther, Chloroform, Äthylacetat, Dioxan, Pyridin, Butylacetat und Chlorbenzol 448; Nachweis durch Streichreagenzien in der Säulenchromatographie 44; ultrarotspektrographische Identifizierung 285.

Thiophenol, Nachweis durch Streichreagenzien in der Säulenchromatographie 44.

Thorium, Nachweis mit Morin 67; radiometrische Bestimmung 221; Titration mit Komplexon III-Lösung 457; Trennung von den Ceriterden mit 7-Oxycumarin-4-essigsäure 386; von Uran mit Sebacinsäure und Natriumnaphthionat 27; spektrophotometrische Bestimmung von Al in Th 384.

Thoron, radiochemische Bestimmung in Mineralwässern 220.

Threonin, Bestimmung mit Perjodsäure 320; durch Ionenaustauschchromatographie 64; in Eiweißhydrolysaten 320.

Thymin, Bestimmung durch Ionenaustauschchromatographie 64.

Thymol, papierchromatographische Bestimmung 50.

Thyroxin, radiochemische Bestimmung mit Hilfe von aktiviertem Jod 222.

Tibatin, photometrische Bestimmung 277.

Tigogeninacetat, Infrarotspektrum 287.

Tinctura Ipecacuanhae, chromatographische Alkaloidbestimmung 446.

Tiron (Brenzcatechin-3,5-disulfonsäure), polarographisches Verhalten einiger Metallkomplexe 433.

Titan, Bestimmung in organischen Verbindungen 78; Bestimmung neben Ta und Nb 303; ultraviolett-spektrophotometrische Bestimmung neben Nb 302; spektrochemische Bestimmung in Al-Zn-Mg-Legierungen 208; in Reinstaluminium 19; in Zr-Metall 210; titrimetrische Bestimmung in Silicaten 88.

Titanoxyd, Bestimmung durch Verdünnungs- und Aktivierungsanalyse 218.

Titrationen in nicht wäßriger Lösung, Bestimmung von p-Aminosalicylsäure 57; von Chlorid, Bromid und Jodid 55; von Phenolen 57; von protonenlosen Säuren in Thionylchlorid 57; von Salpetersäure in Eisessig 58; Erfassung des Titrationsendpunktes 54; reduktometrische Bestimmungen in wasserfreier Essigsäure 56; Neutralisationstitration in wasserfreier Ameisensäure 56.

Toluol, gaschromatographische Trennung von Benzol, Chlorbenzol, Heptan, n-Hexan, Isopentan, n-Pentan, o-Xylol, Wasser 448.

Tomaten, Bestimmung von Tomatin 239.

Tomatin, Bestimmung in Tomaten 239.

Traganth, Identifizierung 142.

Traubensaft, Bestimmung der Aromazahl 144.

Trehalose, Bestimmung in Hefe 230, 231.

Triacetin, Infrarotspektrum 288.

Triäthylamin, Retentionsvolumen 452.

Triarylamine, Nachweis mit Streichreagenzien 43.

Triazin, Verhalten bei der N-Bestimmung nach Kjeldahl 74.

Tri-n-Butylamin, Retentionsvolumen 452.

Tricarbonsäuren, papierchromatographische Bestimmung 46.

Triglycylchrom, Verwendung beim Nachweis von Glykokoll 315.

Trigonellin, papierchromatographische Bestimmung in Kaffee 123.

Trimethadion, titrimetrische Bestimmung 464.

Trimethylamin, gaschromatographische Trennung von Ammoniak und anderen flüchtigen Aminen 451; Retentionsvolumen 452.

3,3,5-Trimethyl-cyclohexylmandelat, UV-spektrophotometrische Analyse 463.

Trimethylpikrat, Erkennung durch Röntgenbeugung 215.

Trimethylthiocarbamide, jodometrische und mercurimetrische Bestimmung 140.

Trinkwasser, siehe Wasser.

Triphenylmethylarsoniumrhodanid, Reagens zur colorimetrischen Kupferbestimmung 373.

Tripolyphosphat, Erkennung in Waschmitteln 159; Bestimmung von Polymeta- neben Tripolyphosphat 159.

Tri-n-Propylamin, Retentionsvolumen 452.

Trithionat, polarographisches Verhalten 434.

Trockenmasse, Bestimmung in Milch 233.

Trockenmilchpulver, Bestimmung der Asche in fettfreiem Trockenmilchpulver 234.

Trockensubstanz, Bestimmung in frischer Vollmilch 232.

Tropa-Alkaloide, quantitative chromatographische Bestimmung 447.

Tryptophan, Nachweis mit Alkalikobalt(III)-carbonat 314; Mikrobestimmungsmethode 80; N-Bestimmung 72.

Tyrosin, Bestimmung durch Ionenaustauschchromatographie 64; N-Bestimmung 72; Nachweis mit Alkalikobalt(III)-carbonat 314.

d-Tubocurarinchlorid, chromatographische Bestimmung 447.

Tüpfelanalyse, Entwicklung und Aussichten in der organischen Chemie 296.

Überlaufmikropipette 297.

Ultrarotspektralanalyse, Anwendungen 285; Bestimmung von Äthanol in Diäthyläther 286; von Dichlormethan, sym-Tetrachloräthan, Äthylentetrachlorid, Pentachloräthan, Hexachloräthan und Tetrachlorkohlenstoff 288; von Tetrachlorkohlenstoff und Chloroform neben Chloral 286; Prüfung von Veratrumextrakten auf Veratrumalkaloide 286; Untersuchung ätherlöslicher Treibsätze 287; höher siedender Kohlenwasserstoffe 285; Ultrarotspektra von Steroiden 287; siehe auch Infrarotspektralanalyse.

Umbelliferon, papierchromatographische Bestimmung 446.

Umbelliferonglucosid, papierchromatographische Bestimmung 446.

Undekansäure, Retentionsvolumen 450.

Universalverbrennungsofen, automatischer 68.

Uracil, Bestimmung durch Ionenaustauschchromatographie 64.

Uran, Bestimmung geringer Mengen in Lösungen mittels photographischer Emulsionen 392; colorimetrische Bestimmung mit Oxin 391; mit Salicylamid 392; mit Dibenzoylmethan 392; fluorimetrische Bestimmung 283; indirekte potentiometrische und amperometrische Bestimmung 390; polarographische Bestimmung in Auxenit 434; potentiometrische Titration uranhaltiger Carbonatlösungen 390; radiometrische Bestimmung 221; spektrophotometrische Bestimmung 161; Störungen bei der spektrophotometrischen Bestimmung 163; Trennung von Thorium unter Verwendung von Sebacinsäure und Natriumnaphthionat 27; Trennung von ^{233}U und ^{233}Pa 226; Bestimmung in organischen Verbindungen 78.

Urethane, Infrarotspektra 288.

Uridylsäure, chromatographische Reindarstellung 364.

Urin, Bestimmung von Phosphatase 320; Nachweis von Äthylalkohol 78; von Harnstoff als Hexureachrom(III)-chlorid 315.

Urobilin, papierchromatographische Bestimmung in biologischem Material 125.

n-Valeriansäure, Retentionsvolumen 450.

Valin, radiochemische Bestimmung 225.

Vanadium, Bestimmung in organischen Verbindungen 78; spektrochemische Bestimmung in Crackkatalysatoren 208; in Reinstaluminium 19.

Vanadylacetatlösung, Maßflüssigkeit für Titrationen in nicht wäßriger Lösung 56.

Vanillin, chromatographische Trennung von Cumarin und Syringaaldehyd 45.

Vanillinsäure, chromatographische Trennung von Protocatechusäure 44.

Veratrumalkaloide, Bestimmung in Veratrumextrakten 286.

Veratrumextrakte, ultrarotspektrometrische Bestimmung von Veratrumalkaloiden 286.

Verbrennungsbombe nach Wurzschmitt 74.

Verseifungszahl, Bestimmung in Wachsen 316.

Verdrängungsspektrophotometrie 289.

Viscose-Kunstseide, Bestimmung von Eisen 154.

Vitamin A, papierchromatographische Bestimmung 52.

Vitamin B_1, papierelektrophoretische Bestimmung neben fluorescierenden Substanzen 294.

Vitamin E, papierchromatographische Bestimmung 52.

Vitamine, papierchromatographische Analyse 446.

Vollmilch, siehe Milch.

Wachse, Bestimmung der Säure- und Verseifungszahl 316.

Wäßrige Lösungen, chromatographische Analyse in Aluminiumoxyd 40.

Waschmittel, Bestimmung des Schaumvermögens 158; Erkennung von Phosphaten 158.

Wasser, Bestimmung in amerikanischem Käse und Käsezubereitungen 236; in Lebensmitteln und Drogen 143; in zuckerhaltigen Erzeugnissen 146; gaschromatographische Trennung von Äther, Äthylacetat, Benzol, Butylacetat, Chlorbenzol, Chloroform, Dioxan, n-Heptan, n-Hexan, Isopentan, n-Pentan, Pyridin, Thiophen, Toluol 448; Bestimmung des Ammoniak-Stickstoffs in Wasser und Abwasser 150; Bestimmung des gesamten gelösten organischen Kohlenstoffs 36; Bestimmung von Chlor-Ionen 150; von Fluorid 149; von Kupfer-Spuren 369; von radio-aktiven Verunreinigungen 220; polarographische Brombestimmung 435; siehe auch Mineralwasser.

Wassergas, chromatographische Analyse 453.

Wasserstoff, chromatographische Abtrennung aus einem Gasgemisch 453; gaschromatographische Bestimmung 454; Freisetzung zwecks Isotopenanalyse 366; Bestimmung in fluorhaltigen organischen Substanzen 70; in schwefel- und stickstoffhaltigen organischen Substanzen 69; in organischen Zinnverbindungen 132; mikroelementaranalytische Bestimmung 69.

Wasserstoffperoxyd, Bestimmung neben Peroxyschwefelsäure und Peroxydischwefelsäure 423; Untersuchung der Spontanzersetzung mit Hilfe von Luminescenzindicatoren 285.

Weender Verfahren zur Rohfaserbestimmung 156.

Wein, Analysenmethoden 145; Apparatur zur Messung des Redoxpotentials 145.

Weinessig, Charakterisierung durch den Proteid-Ammoniakwert 227.

Weinsäure, Bestimmung mit Überjodsäure 307; papierchromatographische Identifizierung 47; papierchromatographische Trennung von Citronensäure, Milchsäure und Äpfelsäure 46; nasse Veraschung 131; Titration mit Hilfe von Luminescenz-Indicatoren 284.

Wismut, gravimetrische Bestimmung 388; komplexometrische Titration 457; photometrische Bestimmung mit Thioharnstoff 321; photometrische Bestimmung in Pb-Sn-Legierungen 255; spektrochemische Bestimmung 207; spektrographische Bestimmung in Letternmetall 209; Halbstufenpotential des Tironkomplexes 433; Bestimmung in organischen Verbindungen 78; in Arzneimitteln 461.

Wismut-Thioharnstoffverbindungen, optische Durchlässigkeit in Anwesenheit verschiedener Salze 321.

Wolfram, polarographische Bestimmung in W-Co-Legierungen 435.

Wolfram-Kobalt-Legierungen, polarographische Schnellanalyse 435.

Xanthin, Bestimmung durch Ionenaustauschchromatographie 64.

Xylene, ultrarotspektrographische Untersuchung 285.

o-Xylol, gaschromatographische Trennung von Benzol und Toluol 448.

Yttrium, Trennung von ^{90}Y, ^{46}Sc und ^{141}La 226.

Yuccageninacetat, Infrarotspektrum 287.

Zähne, spektrochemische Mg-Bestimmung 212.

Zink, alkalimetrische Bestimmung 357; Bestimmung mit Ferrocyanid 379; komplexometrische Bestimmumg neben anderen Metallen 456; polarographische Bestimmung in Bleisorten

433; radiochemische Erfassung von Spuren 222; spektrochemische Bestimmung in Aluminium 209; in Reinstaluminium 19; in Al-Zn-Mg-Legierungen 208; in Kanonenbronze 205; in Kupfer und Bronze 207; in Letternmetall 209; in Nickel 210; chromatographische Trennung von anderen Metallionen 361; papierchromatographische Trennung von Cd 443; Trennung von Cadmium mit Hilfe feinverteilten Kupfers 379; Trennung von ^{65}Zn und Cu 226; Bestimmung in Arzneimitteln 461; in organischen Verbindungen 78; Löslichkeitsprodukt des Oxinats und Methyloxinats und p_H-Wert der Fällung 66.

Zinksulfid, Mitfällung durch Metallsulfide 300.

Zinn, Nachweis mit Morin 67; photometrische Bestimmung mit Bromwasserstoffsäure 109; radiochemische Erfassung von Spuren 222; spektrochemische Bestimmung in Reinstaluminium 19; in Kanonenbronze 205; in Kupfer und Bronze 207; in Letternmetall 209; in Nickel 210; Bestimmung in organischen Verbindungen 78.

Zinn(II)-chlorid, Titration mit Kaliumperjodat 67.

Zinn(II)-Ionen, mikrochemischer Nachweis mit Oxydationsprodukten von o-Aminophenol 385.

Zinnverbindungen, Halbmikrobestimmung von C und H in organischen Sn-Verbindungen 132.

Zirkonium, Nachweis mit Morin 67; Bestimmung mit Mandelsäure 302; Bestimmung in organischen Verbindungen 78; Bestimmung von Al in Zr durch Ionenaustausch 58.

Zirkonmetall, spektrochemische Reinheitsprüfung 210.

ZnS-Phosphor, radiochemische Bestimmung von Chlorverunreinigungen 218.

Zucker, spezifische Farbreaktion 146; Nachweis mit Alkalikobalt(III)-carbonat und Chrom(III)-verbindungen 314; papierchromatographischer Nachweis 443; Apparatur zur Trennung von Stärke und Dextrinen 227; Bestimmung mit Hilfe der Kiliani-Reaktion 313; Bestimmung in Hefe 230; des extracellulären Zuckers in Hefe 231; von Zuckerarten im Honig 229; Klären von Schokoladelösungen zur Zuckerbestimmung 228; nasse Veraschung 131.

Zuckerarten, Bestimmung in Honig 229.

Zuckerhaltige Erzeugnisse, Wasserbestimmung 146.